Agilent
220 イオントラップ GC/MS

ハードウェア操作マニュアル

Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2011

このマニュアルの内容は米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、このマニュアルの一部または全部をいかなる形態（電子データやデータの抽出または他国語への翻訳など）あるいはいかなる方法によっても複製することが禁止されています。

マニュアル番号

G3930-96001

エディション

第 1 版、2011 年 5 月

Printed in USA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95051

保証

このマニュアルの内容は「現状のまま」提供されることを前提としており、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。また、Agilent は適用される法律によって最大限許される範囲において、このマニュアルおよびそれに含まれる情報に関し、商品の適格性や特定用途に対する適合性への暗黙の保障を含み、また、それに限定されないすべての保証を明示的か暗黙的かを問わず、一切いたしません。Agilent は、このマニュアルまたはこのマニュアルに記載されている情報の提供、使用または実行に関連して生じた過誤、付随的損害あるいは間接的損害に対する責任を一切負いません。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、このマニュアルの内容に対する保証条項がここに記載されている条件と矛盾する場合は、別に合意された契約の保証条項が適用されます。

テクノロジライセンス

本書で言及されているハードウェア / ソフトウェアはライセンスに基づいて供与されるものであり、かかるライセンスの条項に従った使用または複製しか許可されません。

制限付き権利について

米国政府の制限付き権利。州政府に付与されるソフトウェア / テクニカルデータ権利には、エンドユーザー顧客に通例提供される権利しか含まれません。Agilent は、FAR 12.211（テクニカルデータ）と 12.212（コンピュータソフトウェア）、および国防総省の DFARS 252.227-7015（テクニカルデータ - 商用アイテム）と DFARS 227.7202-3（商用コンピュータソフトウェアまたはコンピュータソフトウェアドキュメンテーションにおける権利）に従って、ソフトウェアおよびテクニカルデータの通例の商用ライセンスを提供します。

安全にご使用いただくために

注意

注意は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、製品を破損や重要なデータの損失にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、**注意**を無視して先に進んではなりません。

警告

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、警告を無視して先に進んではなりません。

本マニュアルについて

本マニュアルには、Agilent 220 イオントラップガスクロマトグラフ / 質量分析計（GC/MS）システムの操作およびメンテナンスに関する情報が記載されています。

1 一般的な説明

質量分析計（MS）の機能について説明し、機器サブシステムの詳細と安全上の注意事項を示します。

2 GC カラムの取り付け

キャピラリカラムの MS での使用準備、GC オーブンへの取り付け、イオントラップ GC 加熱インタフェース内の配管、および MS トランスファラインへの接続の方法について説明します。

3 MS メンテナンス

温度設定、圧力モニタ、チューニング、ベントおよび真空排気などの基本的な作業について説明します。

4 化学イオン化

化学イオン化イオン源の取り付けと操作について説明します。

5 トラブルシューティング

トラブルシューティング手順について説明します。

6 部品と消耗品

機器の各部品と Agilent Technologies, Inc. への問い合わせ方法について説明します。

ヘルプ情報

Agilent では本マニュアルの他に、220 GC/MS の取り付け、操作、メンテナンス、およびトラブルシューティングの方法について文書化した複数のラーニングプロダクトを提供しています。これらの情報は、機器に同梱されている『Agilent Technologies GC and GC/MS Hardware User Information & Utilities』DVD に収録されています。

機器に同梱されている『Agilent Technologies GC and GC/MS Hardware User Information & Utilities』DVD では、現在の Agilent ガスクロマトグラフ、質量選択検出器、イオントラップ、および GC サンプラに関する幅広いオンラインヘルプ、ビデオ、および書籍がご利用いただけます。これには、以下をはじめとした必要性の高い各国語版の情報が含まれます。

- 初心者向けマニュアル
- 安全および規制に関するガイド
- 設置準備チェックリスト
- 据付に関する情報
- 操作ガイド
- メンテナンス情報
- トラブルシューティング詳細

目次

1 はじめに

一般的な説明 12

ガスクロマトグラフ（GC） 17

質量分析計（MS） 17

- 冷却ファン 17
- 真空システム 18
- GC 加熱インタフェースと MS トランスファライン 22
- イオントラップアセンブリ 25
- イオンゲージ 31

電子アセンブリ 32

- 電源入力サブシステムとターボ分子ポンプコントローラ 34
- 主回路 34
- 電源ボード 35
- RF 発生器アセンブリ 36
- マニフォールド電子部品アセンブリ 37

フォアラインポンプ 40

データシステム 40

コンピュータ / 機器インタフェース 40

コンピュータハードウェア要件とソフトウェア要件 41

オートサンプラ 41

安全にお使いいただくために 41

安全および規制に関する認証 44

製品のクリーニング / リサイクル 47

液体の流入　47

MS の移設と保管　47

2　GC カラムの取り付け

カラム　50

キャピラリカラムの取り外し　51

MS トランスファラインを真空マニフォールドから取り出すには　52

キャピラリカラムを GC 注入口から取り外すには　54

キャピラリカラムの取り付け準備　55

スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け　57

キャピラリカラムのコンディショニング　59

キャピラリカラムの取り付け　60

カラムを MS トランスファラインに取り付けるには　63

3　MS メンテナンス

フォアラインポンプ　66

フォアラインポンプオイルのチェック　66

フォアラインポンプオイルのパージ　67

フォアラインポンプオイルの交換　68

ポンプオイルのフラッシング　70

オイルミストカートリッジの交換　71

オイルミストエリミネータを分解するには　71

オイルミストエリミネータを組み立て直すには　72

冷却ファンのチェック　73

ファンの動作をチェックするには　73

障害が発生しそうなファンを特定するには　73

ターボ分子ポンプの交換 74
ターボ分子ポンプを取り外すには 74
ターボ分子ポンプの固定を解除するには 75
ターボ分子ポンプを取り付けて固定させるには 75
ターボ分子ポンプを他のコンポーネントに再び接続するには 76
ターボ分子ポンプの設置を完了するには 76
イオントラップのメンテナンス 77
MS をオフにする 78
MS を GC から離す 79
トランスファラインの退避 80
トランスファラインをイオントラップから取り外す 80
アナライザアセンブリの取り外し 82
エレクトロンマルチプライヤ（EM）の交換 83
EM を取り外すには 83
EM を取り付けるには 83
フィラメントの交換 85
イオントラップオーブンの取り外し 87
トラップコンポーネントのクリーニング 88
トラップコンポーネントを分解する 88
トラップコンポーネントのクリーニング 89
シリカコーティング電極のクリーニング 91
クォーツスペーサまたはシリカコーティングスペーサのクリーニング 92
トラップの組み立て 93
トラップオーブンアセンブリを再度取り付ける 94
EM を取り付ける 95
アナライザアセンブリを取り付ける 96

GC に対して正しい位置に MS を移動する 97
トランスファラインをマニホールドに取り付けるには 97
ベントを閉じる 98
MS をオンにする 99
トラップの焼き出し 99
イオントラップの動作チェック 100
キャリブレーション化合物バイアルの充填 100
MS を移動する 101

4 化学イオン化

はじめに 104
CI ガス試薬のインストール 105
CI 試薬ガスの必要事項 105
CI 試薬ガス配管のリーク検査 108
CI 試薬流量の設定 109
標準的な CI 試薬のイオン強度 111
液体 CI 試薬 112
液体 CI リザーバーバルブの充填 115
リザーバー内の液体 CI の保管 116
液体 CI 試薬流量の設定 117
ガス CI 試薬への切り替え 118

5 トラブルシューティング

問題の切り分け 120
データシステムの確認 120
GC の確認 120
MS の確認 121

スペクトルの問題の解決 122
スペクトルが出ない 122
ショートしているフィラメントの確認 122
ターボ分子ポンプの確認 123
RF 調整の確認 123
メソッドパラメータの確認 123
トラップアセンブリの確認 124
電子機器の確認 125
高質量スペクトルピークの消失 126
スペクトルの一部が見つからない 127
RF 調整の確認 127
RF ストレージレベルの確認 127
トラップ温度の確認 127
空気・水が正常レベルにおいて分解能が得られない場合 128
トラップ内のイオン量の確認 128
アキシャルモジュレーション設定の確認 129
高質量での高いベースライン 130
キャリブレーションイオンを特定した後にトラップキャリブレーションに失敗する 131
EM 電圧の確認 131
キャリブレーション用化合物のガス圧の確認 131
リークの確認 132
リーク確認の設定 132
高レベルの水の除去 140
リーク検出ガスの使用 141
大量のエアリークの修復 143
少量から中程度のエアリークの修理 144
GC 接続の確認 144

GC のトラブルシューティング 145

COLTEST サンプルの分析 146

注入口条件の設定 146

オーブンの設定 146

トランスファラインおよびトラップ温度条件の設定 146

MS 測定メソッドの設定 147

クロマトグラフの問題のトラブルシューティング 149

6 部品と消耗品

文書 156

部品と消耗品 157

Agilent サービス 161

1 はじめに

一般的な説明 12
ガスクロマトグラフ（GC） 15
質量分析計（MS） 16
電子アセンブリ 30
フォアラインポンプ 38
データシステム 38
コンピュータ / 機器インタフェース 38
コンピュータハードウェア要件とソフトウェア要件 39
オートサンプラ 39
安全にお使いいただくために 39
安全および規制に関する認証 42
製品のクリーニング / リサイクル 45
液体の流入 45
MS の移設と保管 45

一般的な説明

220 イオントラップ GC/MS システムは次の 4 つの主要コンポーネントで構成されています。

- ガスクロマトグラフ（GC）
- 質量分析計（MS）
- データシステム（DS）
- オートサンプラ（オプション）

図 1 220 イオントラップ GC/MS 質量分析計を 7890 GC および 7693 オートサンプラと併設

次の図は、220 イオントラップの上部カバーを取り外したときと、正面パネルを開いたときにそれぞれ確認できるコンポーネントを示したものです。

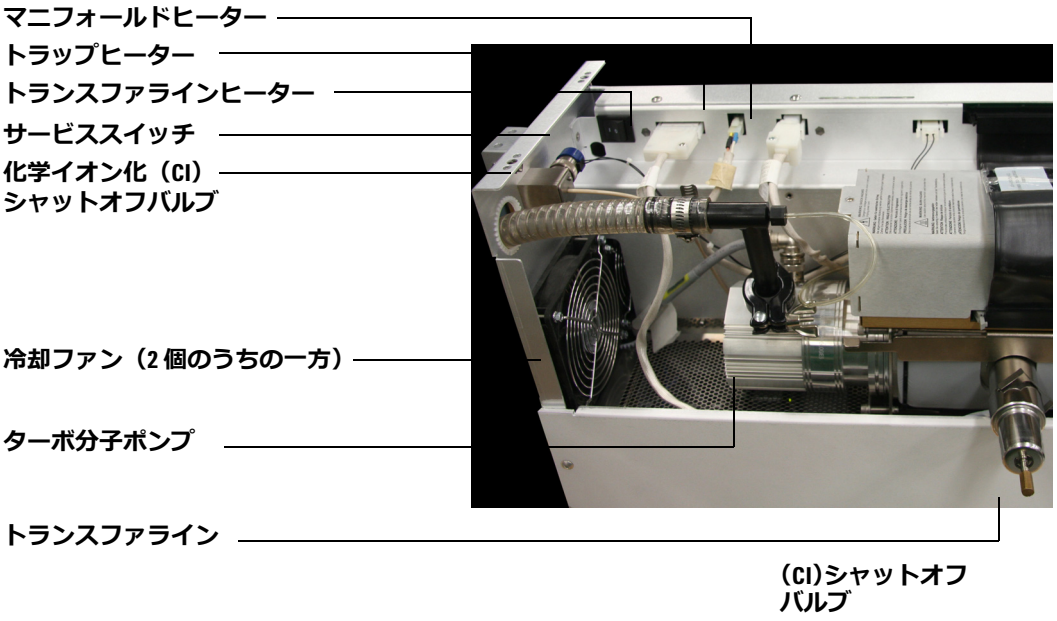


図 2 220 MS 上面図

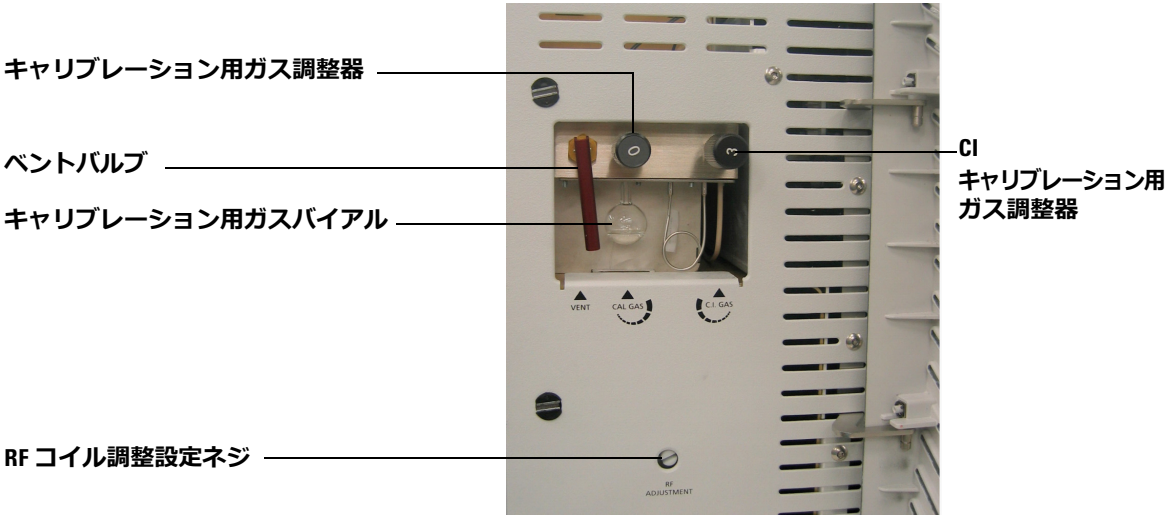


図 3 220 MS 正面パネル

図 4 は 220 イオントラップ GC/MS のブロック図です。GC と MS は加熱インターフェースとトランスファラインによって接続され、オプションのオートサンプラは GC の上部に配 置されます。

マニュアルまたはオートサンプラを使用してサンプルは GC 注入口からキャピラリカラムに注入されます。ガスクロマトグラフは試料分子を分離します。GC からの溶出ガスは、フューズドシリカキャピラリカラムから GC 加熱インターフェースから MS トランスファラインを通ってイオントラップに流入します。サンプル分子は電子イオン化または化学イオン化を経た後で、質量電荷比に応じて分析されます。

EM はイオンを検出し、検出したイオンの数に比例するシグナルを生成します。EM がイオン電流シグナルをシステムの電子部品に渡すと、電子部品はシグナルを増幅させ、結果をデジタル化してデータシステムに渡します。データシステムは、受け取った結果データをさらに処理し、表示します。以下の図を参照してください。

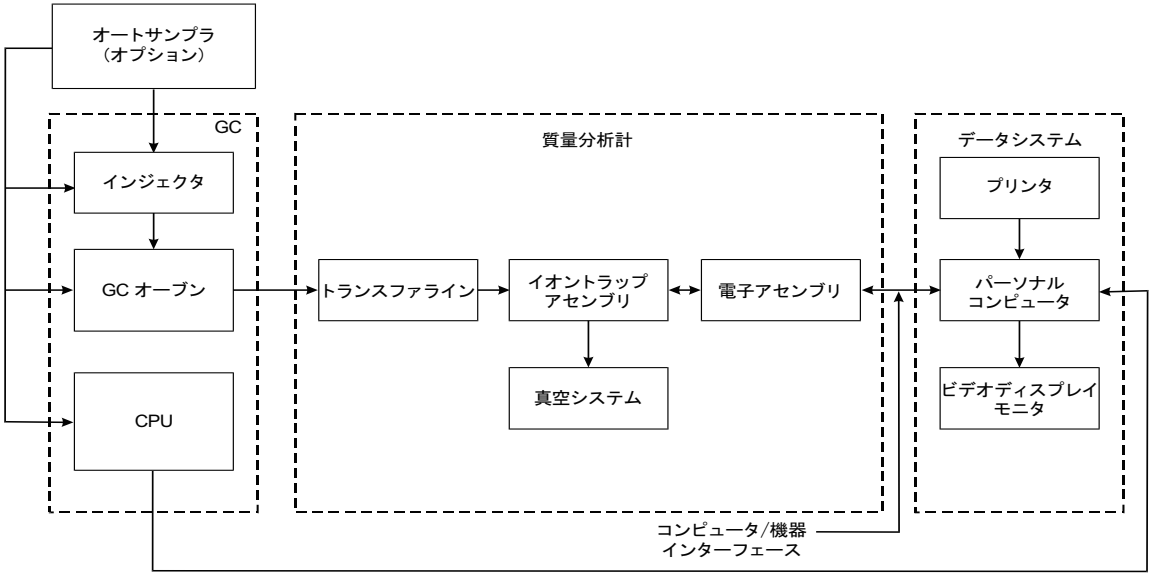


図 4 220 イオントラップ GC/MS システムのブロック図

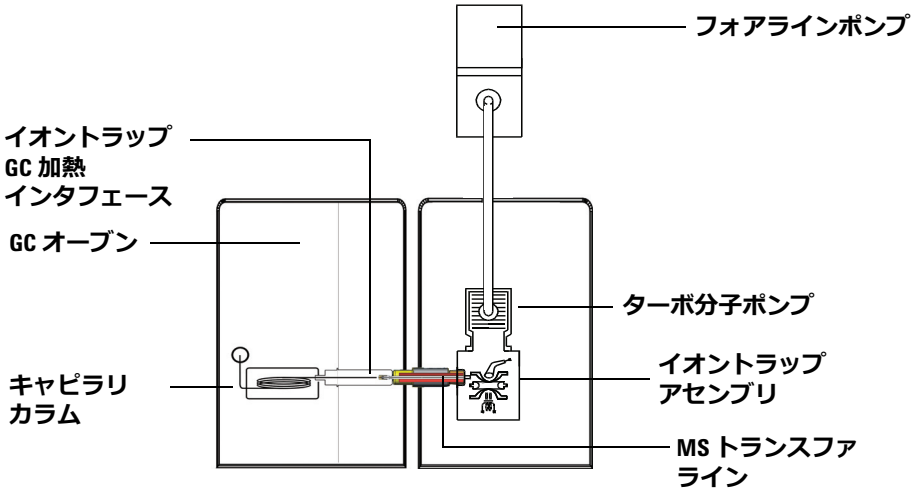


図 5 220 イオントラップ GC/MS システムの主要コンポーネント

ガスクロマトグラフ（GC）

Agilent 7890 GC はこの GC/MS システムの一部です。Agilent 7890 GC の詳細については、Agilent の適切なマニュアルを参照してください。

質量分析計（MS）

質量分析計の内部は、電子部品用のコンパートメントとアナライザ用のコンパートメントに分かれています。

電子部品用のコンパートメントには以下が含まれます。

- コントローラボード
- 電源ボード
- 冷却ファン

アナライザ用のコンパートメントには以下が含まれます。

- トランスファライン
- 真空マニフォールド（イオントラップを含む）
- 真空ポンプ、コントローラ、およびターボ電源
- RF コイルと RF 発生器
- ニューマティックマニフォールド
- マニフォールドボード
- 冷却ファン

冷却ファン

質量分析計の背面パネルに取り付けられた冷却ファンはユニットを冷却します。アナライザコンパートメントのファンは、背面から吸引した空気を、アナライザコンパートメントのターボ分子ポンプのベアリング端に直接吹きかけます。吹きかけられた空気は、マニフォールド電子部品を通過して、機器前面から排出されます。

電子部品用のファンは、背面から吸引した空気を、電子部品コンパートメント内のコントローラボードと電源ボード上に吹きかけます。

GC オーブンの熱気が MS に影響を及ぼすのを防ぐため、220 イオントラップ GC/MS システムを壁から 15.3 cm（6 インチ）以上離すとともに、オーブンからの熱気が上に向かって排出されるようにオーブン排気バッフルの方向を調整してください。

ターボ分子ポンプコントローラはアナライザコンパートメントのファンに電力を供給し、電源ボードは電子部品コンパートメントのファンに電力を供給します。

注意 過熱するのを防ぐため、冷却ファンの吸引口をふさがないように注意してください。

真空システム

真空システムは、MS イオントラップアセンブリから水蒸気、空気、およびキャリアガスを排出します。主要真空システムコンポーネントには以下のものが含まれます。

- 真空マニフォールド
- ターボ分子ポンプ
- フォアラインポンプ
- ベントバルブ
- キャリブレーション用ガスバルブ
- 化学イオン化（CI）試薬ガスバルブ

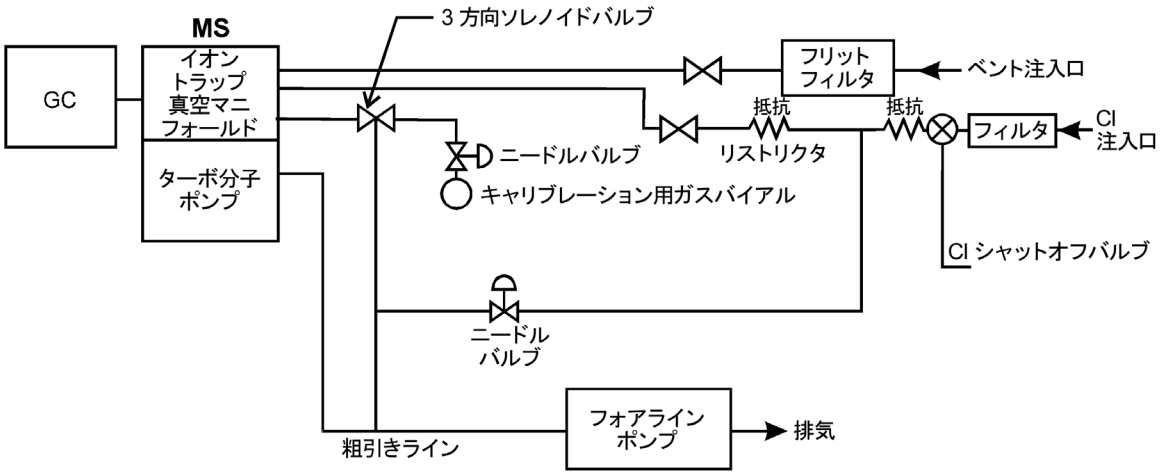


図 6 220 イオントラップ GC/MS 真空システム図

真空マニフォールド

真空マニフォールドは、イオントラップアセンブリを囲むように設置され、ステンレススチール製チューブにアナライザを収納します。ターボ分子真空ポンプは、マニフォールドを真空にしてフォアラインポンプに排出します。

真空マニフォールドは RF コイルハウジングの上部に配置されます。ターボ分子ポンプは、Viton® O- リングを使用してマニフォールドを密閉します。イオントラップアセンブリは、アナライザフランジから吊り下げられ、マニフォールド本体の内部まで達します。マニフォールドとアナライザフランジの間の密閉には、もう 1 つの Viton® O- リングが使用されます。クイックリリースタブを使用すると、真空状態でない場合にトラップを簡単に取り外すことができます。

アナライザフランジを通過する 8 つの電気フィードスルーは次のとおりです。

- 電子ゲート用 ×1
- フィラメントアセンブリ用 ×3
- イオントラップアセンブリのフィラメントおよび EM エンドキャップ電極に印加される軸方向変調電圧用 ×2
- EM カソードへの高電圧用 ×1
- EM アノードからのイオン電流シグナル用 ×1

マニフォールドの下側を通過するフィードスルーは、リング電極に無線周波数（RF）電圧を供給します。

真空マニフォールドには次の 4 つの追加的な機能もあります。

- トランスファライン
- CI 試薬ガス
- キャリブレーション用ガスの導入
- ベント

ターボ分子真空ポンプ

ターボ分子真空ポンプは MS に高真空を供給します。通常の稼動条件の下では、イオントラップアセンブリの外側のマニフォールド領域に約 10^{-5} Torr の真空が供給されます。このポンプは定格流量が 80 L/sec、動作流量が 60 L/sec であり、空気冷却され、サーマル保護されています。ベアリング近くのポンプハウスの温度が 60 ℃ を超えると、ポンプは自動的にシャットダウンします。

MS のフロントパネルにある主電源スイッチを切ると、ターボ分子ポンプコントローラとフォアラインポンプへの電源が切断されます。MS の背面パネルにある主電源スイッチを切ると、ターボ分子ポンプコントローラとフォアラインポンプへの電源が切断されます。

電子部品サービススイッチは真空ポンプを制御しません。

ターボ分子ポンプコントローラは回転速度を監視します。回転速度はソフトウェアで表示できます。

ターボ分子ポンプの速度が最大動作速度の 92% 以上になると、コントローラボードに TURBOMOLECULAR SPEED OK シグナルを送るよう電源制御ボードがコントローラによって促されます。コントローラボードはこのシグナルに基づいて、フィラメント、EM 電圧、RF 発生器、化学イオン化（CI）試薬ガスバルブ、およびキャリブレーション用ガスバルブを有効または無効にします。

ポンプの速度が最大速度の 92% を下回ると、コントローラボードへの TURBOMOLECULAR SPEED OK シグナルはオフになります。フィラメント、EM、RF 発生器、CI 試薬ガスバルブ、およびキャリブレーション用ガスバルブは自動的にオフになります。これは、大きな空気漏れがあるか、ポンプが過熱状態にあることを意味します。

ニューマティックマニフォールド

ニューマティックマニフォールドは、真空マニフォールドの前面に取り付けられたアルミニウム製ブロックです。このマニフォールドには、キャリブレーション用ガスと CI キャリブレーション用ガスのためのソレノイドバルブとニードルバルブが 2 つずつ、キャリブレーション用ガスバイアル、およびベントバルブが備わっています。

マニュアル操作のベントバルブは、ニューマティックマニフォールドを通じて真空マニホールド外とつながっています。ベントバルブの開閉は機器前面のトグルアームで行います。

キャリブレーション用ガスバルブアセンブリは、メタリングニードルバルブ、ソレノイド操作による ON/OFF バルブ、およびキャリブレーション用液体が含まれたガラス製バイアルから成ります。このアセンブリは機器のドアのすぐ後ろに配置されます。ニードルバルブは、ソレノイドバルブから真空マニフォールドへのキャリブレーション用ガスの流量を制御します。

キャリブレーション化合物は、パーフロロトリブチルアミン（PFTBA）つまり $C_{12}F_{27}N$ であり、フルオロカーボン -43（FC-43）とも呼ばれます。バルブアセンブリに接続された小型のガラス製バイアルが化合物を収容します。マニフォールドへのキャリブレーション用ガスの流量は、ニードルバルブを使ってマニュアルで設定します。ソレノイド操作バルブの開閉は、データシステムによって制御されます。

マニフォールドへの CI 試薬ガスの流量は、2 つのソレノイドバルブによって制御されます。背面パネルの近くにあるシャットオフバルブを開くと、試薬ガス機器に流入します。フォアラインポンプは、CI ガスの一部を取り除くことによって CI ガスのサージ（圧力パルス）を防ぎます。ガスはシャットオフバルブ、メタリングバルブとソレノイド操作バルブを通過してから、真空マニフォールドに流入します。CI ニードルバルブは、マニフォールドとフォアラインポンプの間の試薬流量スプリット比を決定します。

CI 試薬ガスバルブのオンとオフの切り替えは、[System Control] または [Acquisition] モードにおいて行うことができます。試薬ガスの流量はメタリングバルブで調整します。

GC 加熱インタフェースと MS トランスファライン

2 つの加熱部分、GC 加熱インターフェース (GCHI) (図 7) と MS トランスファライン (図 8) で、GC と質量分析計はつながっています。これらのラインにはヒーターが内蔵されており、サンプルの凝縮によってテーリングが生じるのを防ぐ役割を果たします。1 つめの部分は、GC 加熱インタフェース（GCHI）です。GC オーブンカラムはこの加熱された部分（GC オーブンの内壁から GC の外壁）を通っています。GC 電源ボードと GCHI のカートリッジヒーターはヒーターケーブルでつながっています。このケーブルは、GC の電気コンパートメント内のバルブブラケット上にある aux 1 または aux 2 ヒーターコネクタに接続されます。

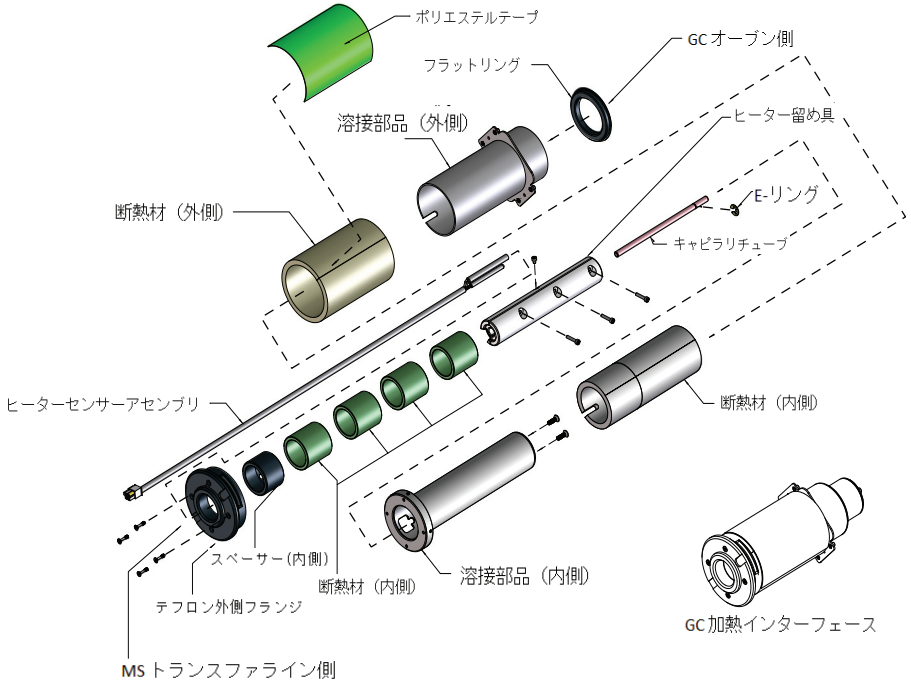


図 7 GC 加熱インターフェース

MS トランスファラインは GC の外壁に位置する GCHI とつながっています。MS トランスファラインの GC 側の端にカラムの真空シールがあります。カラムは MS トランスファラインを通って、MS 真空マニフォールドに入ります。

MS トランスファラインは、中央チューブ、熱交換器が取り付け られている、ステンレススチール製の溶接部品です。

警告 **トランスファラインは高温になります。十分に冷めるまで待ってから触るか、保護グローブを着用してください。**

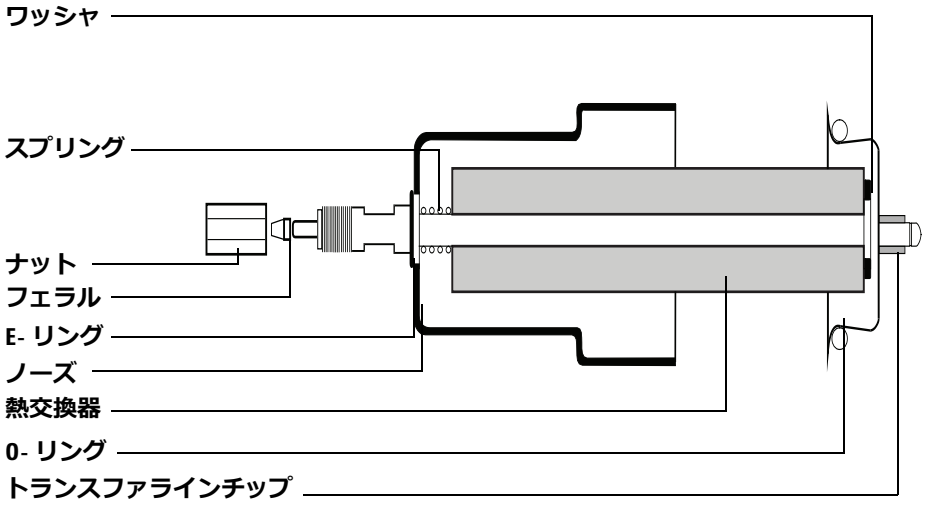


図 8 MS トランスファライン

バヨネットマウントは、イオントラップの真空マニフォールドに MS トランスファラインを固定します。MS トランスファラインをマウントから取り外すには、MS トランスファラインをマウントにやさしく押し込んでから、時計と反対方向に回してリリースします。

注意

真空マニフォールドからイオントラップを取り外す前にバヨネットマウントから MS トランスファラインを取り外しておかないと、トラップヒーターポスト、クォーツリング、トランスファライン先端、またはそれらすべてが破損する可能性があります。

MS の電源ボードは、ヒーターケーブルを使ってトランスファラインカートリッジヒーターに電力を供給します。ヒーターケーブルはトランスファラインの一端から突き出たかたちになっており、電源ボードパネルの上部にあるコネクタに差し込まれます。

MS トランスファラインの温度設定には、[System Control] の [Temperature] ビューを使用します。トランスファラインの最大温度は 350 ℃ です。最小温度は GC オーブンとトラップの温度によって決まります。通常は、トランスファラインの温度をカラムの最大動作温度より 30 ℃ 低く設定しても、リテンションタイムの変動やピーク範囲の拡大などの悪影響がクロマトグラフに及ぶことはありません。

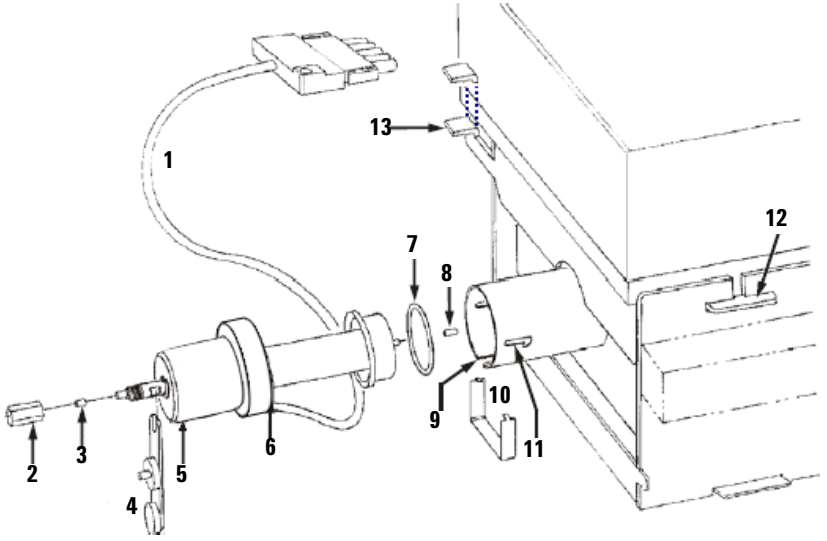


図 9　　MS トランスファラインアセンブリ

表 1 MS トランスファラインアセンブリ部品（図 9）

1	加熱ケーブル	8	トランスファラインチップ
2	ナット	9	加熱ケーブルスロット
3	フェラル	10	ノーズクリップ
4	トランスファライン / アライメントツール	11	バヨネットマウント
5	ノーズ	12	アナライザアセンブリタング
6	ノーズホール	13	アナライザアセンブリロックダウンタブ 備考：長いタブと短いタブの 2 種類がある
7	0- リング		

イオントラップアセンブリ

イオントラップアセンブリは以下で構成されます。

- トラップオーブン
- フィラメントアセンブリ
- 電子ゲート
- イオントラップ電極（3）
- クォーツリング（2）
- EM アセンブリ

図 10 は、電極 3 つ、電子ゲート、およびフィラメントレンズから成るイオントラップアセンブリを示しています。

シリカコーティングのスペーサは内側表面に光沢があります。

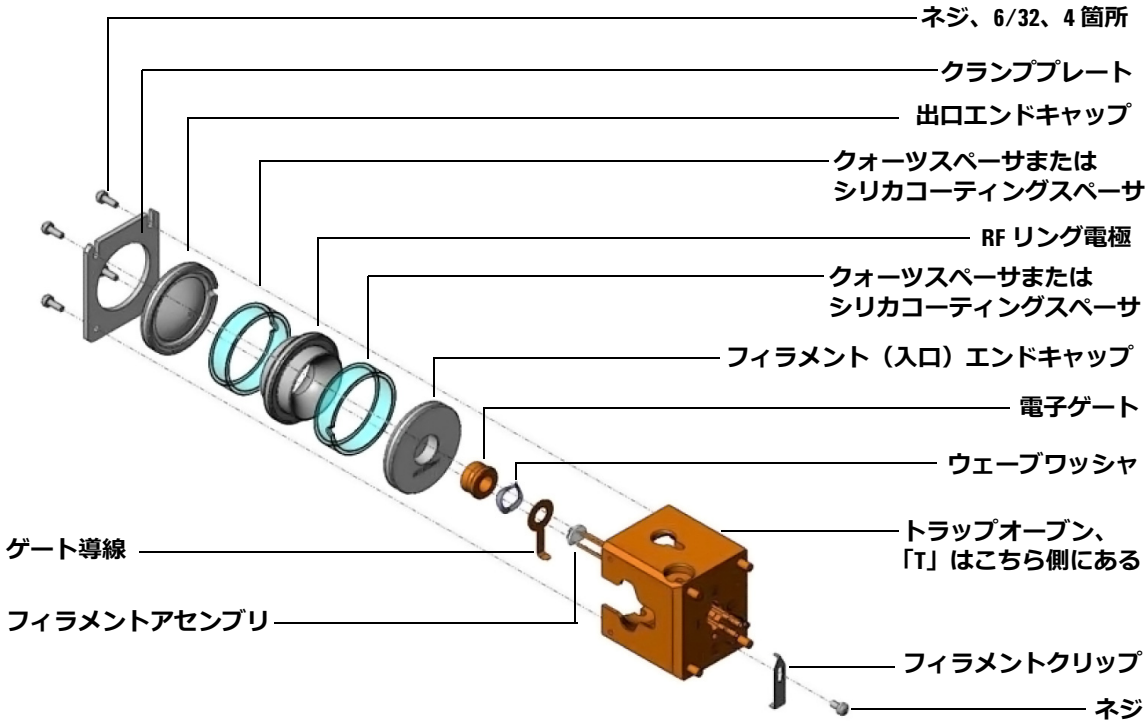


図 10　　イオントラップアセンブリ

トラップオーブン

トラップオーブンは、陽極酸化されたアルミニウム製の加熱ブロックであり、トラップ電極の温度を一定に保つ働きをします。マニフォールドフランジのヒーターが熱を発生させ、サーマルウェルがオーブン温度を測定します。オーブンは、イオン化フィラメントを収納し、トラップに入る前のイオン化電子のフォーカスを合わせるレンズの役割を果たします。

フィラメントアセンブリ

フィラメントアセンブリはトラップオーブン内にあり、マニフォールドフランジ上の 3 つのフィードスルーと接続しています。

フィラメントアセンブリは、フィラメント 2 つとリペラプレート 1 つから成ります。フィラメントは、オーブンの入口の穴からそれぞれ等間隔になるように横に並べて取り付けられます。MS は一度に一方のフィラメントしか使用しません。もう一方の余ったフィラメントは、1 つ目を使い果たしたときのためのバックアップとして使用されます。

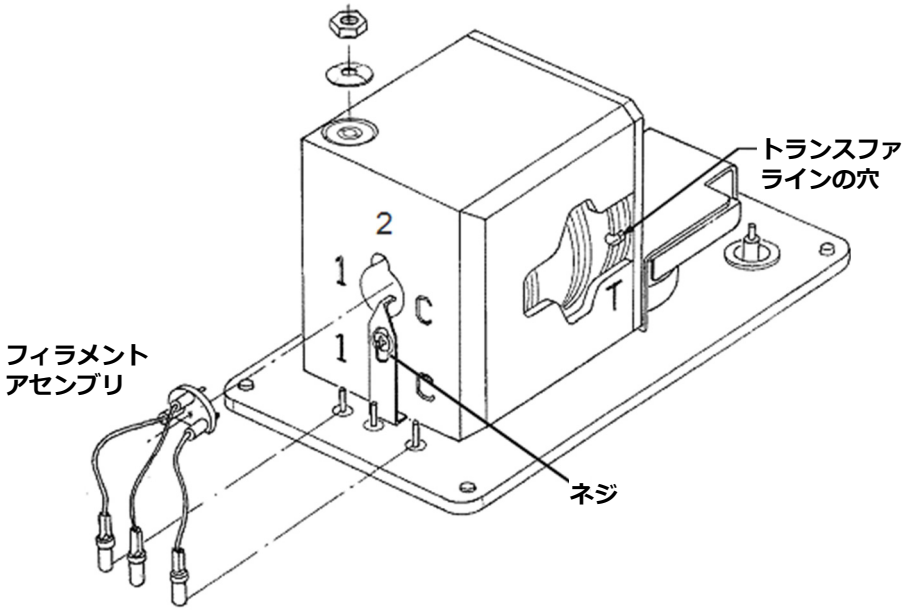


図 11 フィラメントアセンブリとイオントラップ

各フィラメントは 1 本のレニウム製ワイヤです。フィラメントは電流で加熱されると、熱イオンを放出して電子を生成させます。フィラメント放出電流とは、フィラメントから放出される電子の流量を指します。フィラメント放出電流の大きさはメソッドの［Instrument Control］で設定され、設定値の範囲は 5 ～ 100µA です。

イオントラップへの電子流量が 2 つのフィラメントの間で同じになることはほとんどありません。したがって、得られるシグナル強度もフィラメントごとに異なります。一般的な差異率は 2:1 ですが、5:1 に達する場合もあります。

電子ゲート

電子ゲートは、イオントラップへの電子の流入を制御する円筒電極です。フィラメントから放出された電子がイオン化に必要とならない場合、電子ゲートは –150V DC に維持されます。電子ゲートはトラップオーブン内部のレンズの前、入口エンドキャップ電極の後ろに配置されます。陽極酸化処理層によってフィラメントエンド（入口）キャップと絶縁されています。

イオントラップに電子が必要な場合、電子ゲートの電位は –150 DC から + 150V DC の間で変化します。ゲートの電位がプラスに保たれる期間は、たとえば 10 μ 秒から 65 ミリ秒など一様ではありません。この間、試料分子または（化学イオン化の場合は）試薬ガス分子を電子イオン化するのに十分なエネルギー（通常は 50 ～ 80 eV）を持った電子がイオントラップに重点的に流入されます。

イオントラップ電極

イオントラップアセンブリには次の 3 つのステンレススチール製電極があります。

- フィラメントエンド（入口）キャップ電極
- 出口エンドキャップ電極
- RF リング電極

フィラメントエンドキャップ、出口エンドキャップ、および RF リングの各電極はいずれも、内側表面が双曲面になっています。3 つの電極が一体となって形成する空間で、イオン化、フラグメント化、保持、および質量分析が行われます。

エネルギーを帯びた電子は、電子ゲートを使ってフィラメントエンドキャップからイオントラップに流入します。

出口エンドキャップ電極の中心には穴が 7 個あります。イオントラップで生成された試料イオンは、これらの穴から EM 内に排出されます。

フィラメントエンドキャップと出口エンドキャップからの中央のリング電極の分離には、石英またはシリカコーティングの 2 つの同一スペーサが使用されます。トラップオーブンとそのクランププレートが電極とスペーサを固定します。石英スペーサと出口エンドキャップのカットアウトは、トランスファラインをイオントラップに挿入するために設けられています。

RF 発生器アセンブリは、RF リング電極に印加する高電圧 RF を供給します。

適切な RF 電圧の下では、イオントラップ電極によって 3 次元の双曲線型電界が発生します。この電界は、安定した非周期軌道にイオンをトラップすることができます。ただし、RF 電圧が上昇すると、質量電荷比の増加によってイオン軌道が不安定になります。イオントラップはイオンを排出し、検出を可能にするために EM にイオンを送ります。

質量分析が行われる間は、フィラメントおよび出口エンドキャップに 485 kHz の補足 RF 電圧が印加されます。アキシャルモジュレーション電圧と呼ばれるこの電圧は、スペクトル質量分解能と分析感度を高めます。CI や MS/MS などのオプションを実装する場合は、これ以外の電圧をエンドキャップ間に印加することもできます。

EM

EM は出口エンドキャップ電極側に設置されます。保護メタルクリップ上のあらかじめ決められた位置にあり、容易に交換できるようになっています。EM は、イオントラップによって出口エンドキャップ電極の穴から排出された陽イオンを検出します。連続的なダイノード EM は、酸化鉛 / ガラス製のファンネル式抵抗器を持ちます。EM のフロントエンドのカソードには、–800 ～ –3000V の負電圧が印加されます。ダイノードのバックエンドはグランド電位に保たれ、これがアノードになります。

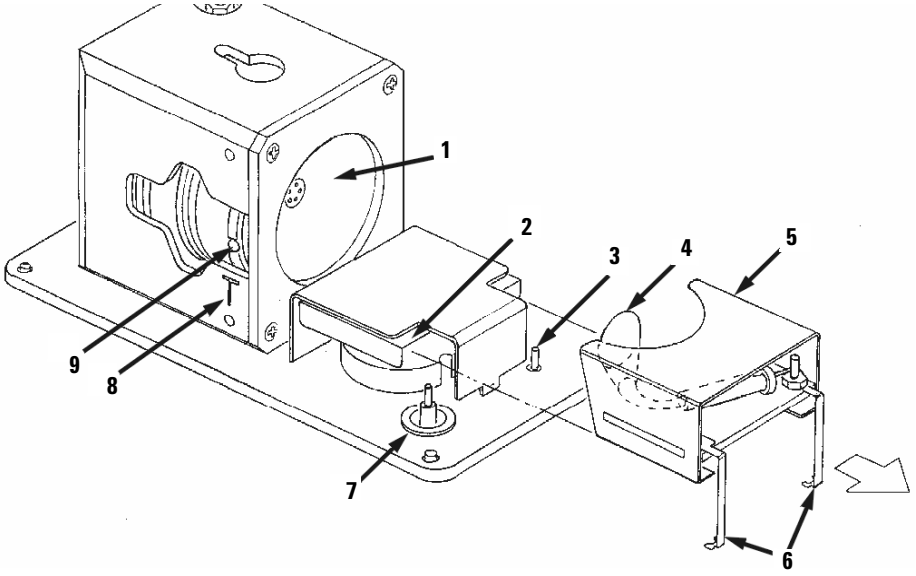


図 12 イオントラップに対する EM の位置

表 2 EM とイオントラップ部品の対応（図 12）

1	出口エンドキャップ	**6**	EM 接点
2	EM トラック	**7**	EM 高電圧ピン
3	EM シグナルピン	**8**	トランスファラインアライメント
4	EM グリッド	**9**	トランスファラインの差込穴
5	EM マウント		

カソードに印加される負電圧は、イオントラップから排出される陽イオンを引き付けます。これらの陽イオンは、ダイノードの内側曲面から電子を生成するのに十分な速度でダイノードに衝突します。中へいくほど正電位が高いため、生成したイオンは EM 内に引き込まれ、この過程でさらに電子が加速されます。EM が曲線構造になっているため、生成した電子は EM の内側表面に再び衝突し、さらに多くの電子が生成されます。この過程により、電子が連続的に生成されて、グランド電位のダイノードの出口エンドに達するよう加速されます。

アノードは電子を収集し、結果として生成されたイオン電流シグナルを下方マニフォールドボード上の積分回路に渡します。イオン電流シグナルは、イオントラップから排出される電子数に比例します。通常、EM に印加される電圧は、ゲインが約 10^5 になるように調整されます。つまり、EM に流入するイオン 1 個あたり約 10^5 個の電子が生成されます。

電子アセンブリ

電子アセンブリは以下の部品で構成されます。

- 電源入力サブシステムとターボ分子ポンプコントローラ
- 電源ボード
- MS コントローラボード
- マニホールド電子アセンブリ
- RF 発生器ボードと RF コイル

これらの電子部品は、重要なコンポーネント間のケーブル長を最小化するように配置されています。MS コントローラボードと電源ボードは電子部品用のエンクロージャに収められ、シートメタルの隔壁でアナライザセクションと分離されています。マニフォールド電子部品はアナライザの上部に収納されています。RF 発生器は RF コイルアセンブリの背面に取り付けられます。

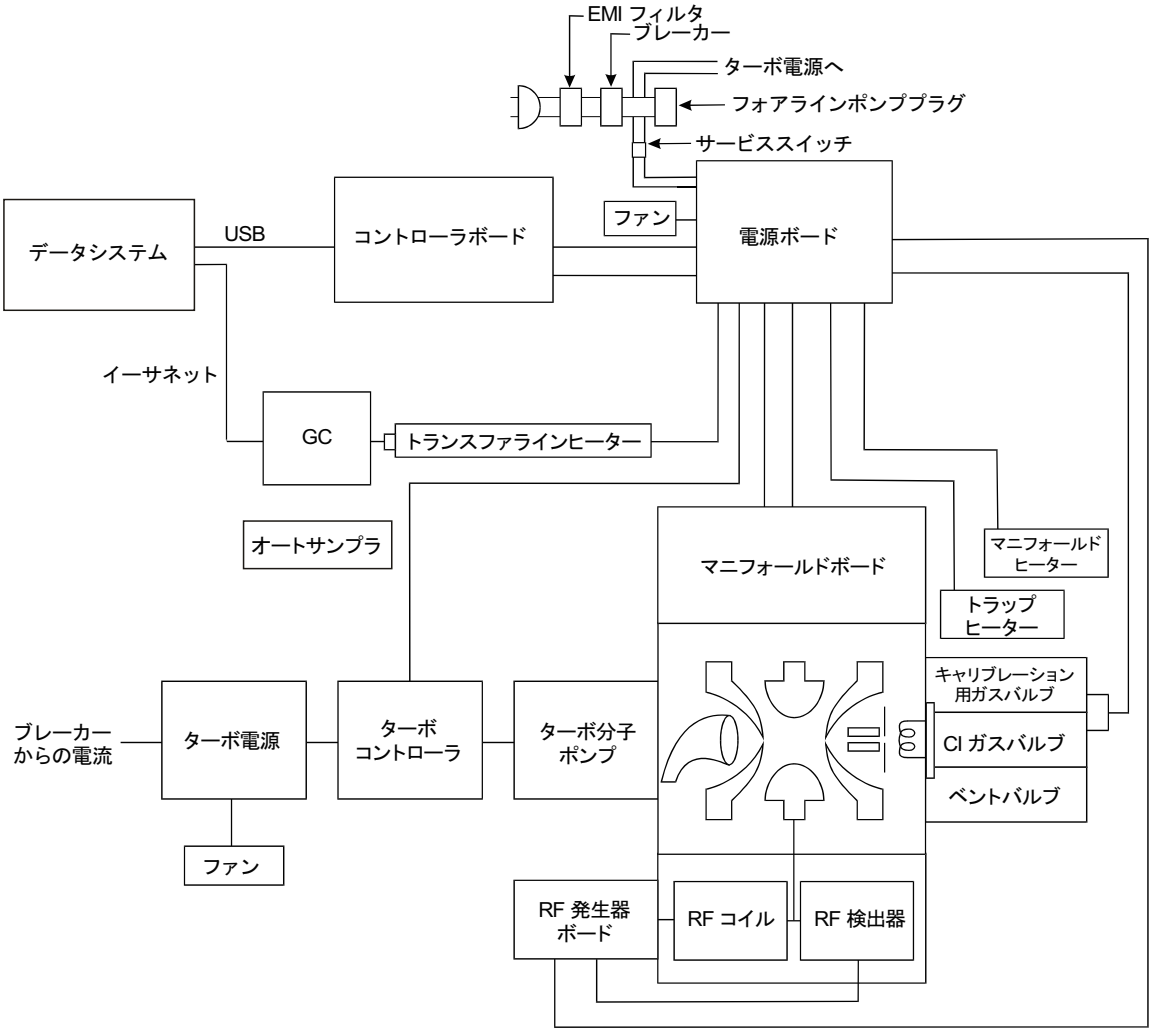


図 13 220 イオントラップ GC/MS システムの電子アセンブリ

電源入力サブシステムとターボ分子ポンプコントローラ

電源入力サブシステムには以下の回路とスイッチが含まれています。

- 主電源スイッチ
- パワーリレーボード
- ブレーカー
- サービススイッチ
- ライン電圧選択スイッチ

主回路

電力線は MS の背面パネルから入って、ラインフィルタ、正面パネルのスイッチで制御される継電器ボード、そしてブレーカーの順に通過します。ブレーカーを通過した後、電力線は 2 方向に分離します。一方の経路は、ターボ分子ポンプコントローラ、電源コントローラ、およびフォアラインポンプにつながり、もう一方の経路は、電源ボードへの電力を制御する電子部品サービススイッチにつながります。電子部品サービススイッチを使用すると、電子部品の点検保守が必要な場合に真空状態を維持することができます。

電源ボードコントローラには、工場出荷時に設定されたライン電圧用の選択スイッチがあります。

トランスファラインとマニフォールドヒーターを変更せずに、MS を 115V から 220V に切り替えることはできません。

ターボコントローラはターボポンプの速度を調整します。このコントローラは電源ボードにターボ速度とスタートアップ電力を供給します。+24V DC 電源は、ソレノイドバルブ、電子部品コンパートメントファン、および EM 電源に電力を供給します。

警告 **緊急事態が発生した場合は、主電源スイッチをオフにして MS への電力供給をすべて切断してください。**

電源ボード

電源ボードは、ターボ分子コントローラを除くすべての電子部品に電力を供給して、ヒーター、イオントラップ、およびソレノイ ドバルブを制御します。

スイッチング電源は、遅延のない 5A ヒューズによって保護されています。

電源ボードに搭載されているスイッチング電源は次のとおりです。

- + 5V DC 電源：全デジタル回路に電圧を供給します。
- –15V および +15V DC 電源：電源ボードとマニフォールド電子部品アセンブリのアナログ回路に電圧を供給します。
- +20V および –20V DC 電源：コントローラと RF 発生器ボードのアナログ回路に電圧を供給します。
- +60V DC 電源：RF 発生器ボードとトラップヒーターに +60V DC の未調整電圧を供給します。
- +180V および –180V DC 電源：イオントラップ電子ゲート回路に電圧を供給します。

電源ボードに搭載されている回路は次のとおりです。

- トラップフィラメント制御回路：フィラメントを加熱し、フィラメントからの放出電流を調節するための電流を供給します。トラップフィラメントの放出電流は 5 ～ 100 µA に設定されています。
- 3 つのヒーター制御回路：マニフォールド、トラップ、トランスファラインの各ヒーターにフィードバック制御を提供します。トラップヒーターは比例積分（PI）制御回路を使用します。
- 3 つのソレノイド制御回路：キャリブレーション用ガス、CI 試薬ガス、および CI シャットオフバルブの各ソレノイドのオンとオフを切り替えます。
- 電子エネルギー制御回路：イオントラップの両方のフィラメントで直流バイアスを制御します。
- 診断マルチプレクサ回路：電源ボード上のさまざまなコンポーネントと回路の電圧出力をコントローラボードに送ります。

電源ボードの上端には、12 個のモニタ LED があります。これらの LED が点灯しているときは、電源ボード上のさまざまな回路の電圧が正しいレベルであり、障害が発生していないことを意味します。アイドルモードでは、+180V、–180V、およびトラップフィラメントを除くすべての LED が点灯します。+180V、–180V、およびトラップフィラメント用の LED が点灯するのは、フィラメントがオンになっている場合だけです。

RF 発生器アセンブリ

RF 発生器アセンブリは、RF 発生器回路ボード、RF 検出器回路ボード、および RF コイルから成ります。コイルと検出器回路ボードは、真空マニフォールドの下のシールドハウジングの中に収納されています。発生器回路ボードはこのシールドハウジングの背面に接続されます。

RF 発生器回路ボードが、スキャン内の現在の質量位置に比例するアナログシグナルをコントローラボードから受け取ると、このシグナルはイオントラップに印加される RF 電圧に比例するようになります。RF 検出器回路ボードは RF 発生器にシグナルを送ります。このシグナルは、イオントラップに印加される実際の RF 電圧に比例します。RF 発生器ボードは、必要な RF 電圧と実際の RF 電圧を比較し、このフィードバックに基づいてゲインを調整することで、印加される RF 電圧を必要な RF 電圧レベルと一致させます。イオントラップに必要な高電圧は従来型電子増幅器の処理能力を超えているため、RF コイルとイオントラップ静電容量から成る共振 LC（インダクタ - コンデンサ）回路が使われます。コイルのイオントラップ側における共振時の RF 電圧は、RF 発生器側の約 100 倍になります。

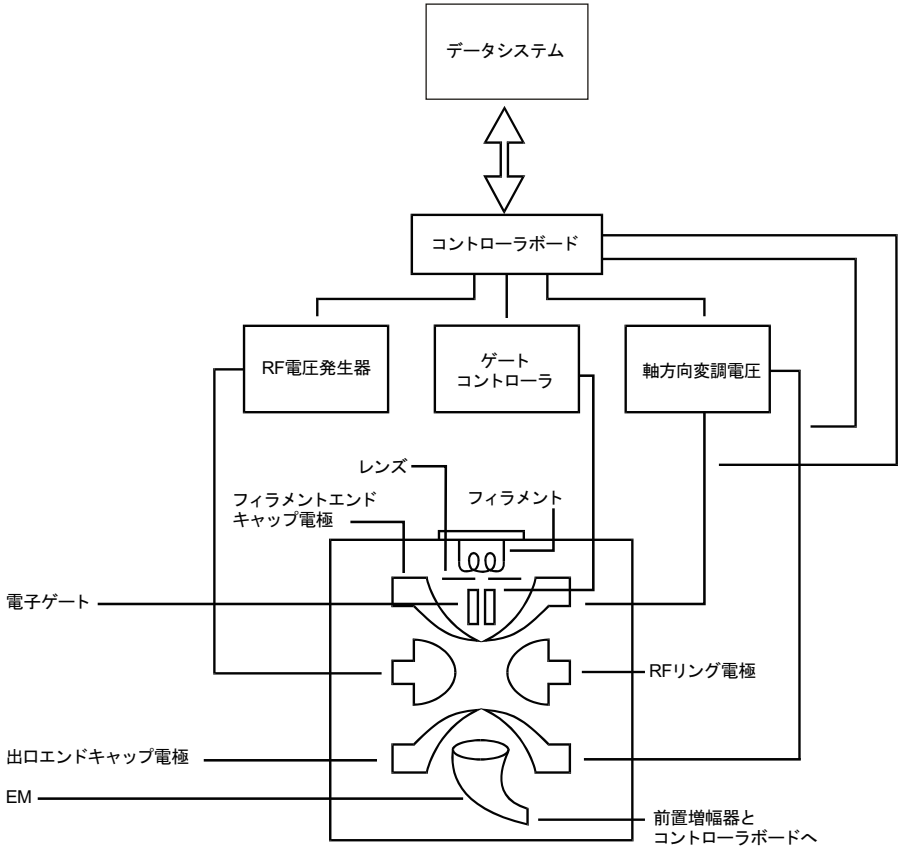


図 14　　イオントラップアセンブリ

マニフォールド電子部品アセンブリ

アナライザフランジの上部には 2 つのボードが収納されています。これらのボードには、イオントラップを機能させるうえで不可欠な次の回路が備わっています。

- EM 電源：EM のカソードに高電圧（–800 ～ –3000V DC）を供給します。
- 積分回路：EM のアノードから増幅イオン電流を受け取り、この電流を電圧に変換して（たとえば 10^{-7}A を 1.0V に変換）、電圧をコントローラに渡します。
- トラップフィラメント選択リレー。

- 電子ゲートコントロール：ゲート極性を制御します。
- アキシャルモジュレーションの高周波トランスおよび低周波トランスと増幅器。

MS コントローラボード

MS コントローラボードは、データシステムコンピュータの USB インタフェースを使用してデータシステムと通信します。MS コントローラによって行われる処理は次のとおりです。

- データシステムからの機器コマンドを解釈し、一連のアナログシグナルとデジタルシグナルを生成することによって、他の MS ボード上の回路の動作を制御します。
- 他のサブシステムからアナログおよびデジタルの診断データを収集して、その情報をデータシステムに送信します。
- イオン電流シグナルをフィルタ処理、積分、およびデジタル化して、スペクトルをデータシステムに送信します。
- CI、MS/MS、および SIS で使用される波形など、軸方向変調波形を生成します。

電源を投入すると、ボードを初期化する ROM 常駐プログラムが MS コントローラのプロセッサによって実行されます。このプログラムは、プロセッサが USB インタフェースを介して情報を受け取ることを許可します。データシステムが起動すると、操作に必要な情報がコントローラボードの RAM メモリにダウンロードされます。コントローラボードはこれを受け、USB インタフェース経由で送信されたコマンドを実行します。

コントローラボードへのアクセスには、機器背面パネルの 2 つのコネクタが使用されます。

- J42 は、データシステムへの USB 接続です。
- D シェルコネクタのラベルが付いた J43 リモートオプションは、特殊な装置向けまたは GC スタート信号用のものです。

マススペクトルが測定される場合は、EM 電圧、スキャン範囲、時間、イオン化モードなどのパラメータがデータシステムによってダウンロードされます。これらの情報は、必要な質量範囲にわたるスキャンを作成するために使用されます。スキャンが終了すると、データはデータシステムに送られてさらなる処理にかけられ、表示されます。

波形発生器は、広い範囲の周波数と振幅にわたって波形を作成でき、以下の機能を備えています。

- デュアルポート RAM（256 KB）：デジタル化された波形用のメモリを提供します。
- 選択可能な周波数発生クロック（625 KHz、1.25 MHz、または 2.5 MHz）と 15 ビット可変長カウンタ：タイミングを調整します。
- 12 ビット DAC ローパスフィルタと増幅器：波形を再構築します。
- 可変動作周波数範囲：高周波数トランス（12 ～ 500 KHz）と低周波トランス（200 Hz ～ 1.25 KHz）を使い分けます。
- 2 つのトランス：波形出力をエンドキャップ電極に印加します。

CI、MS/MS などの波形オプションには波形キーが必要です。波形キーは工場出荷時にインストールされるか、Agilent カストマサポート担当者によってインストールされます。

フォアラインポンプ

フォアラインポンプは 2 つの目的で使用されます。1 つは、高真空ターボ分子ポンプが動作できるレベルまで真空システムの圧力を下げることです。もう 1 つは、高真空ポンプの排気ガスを除去することによって、真空システムの圧力を維持することです。

フォアラインポンプは真空チューブでターボ分子ポンプに接続されます。ポンプの電源コード差込口は、MS の背面パネルにある「J2 - LINE VOLTAGE - PUMP ONLY」というラベルの付いた場所です。電源はここから供給され、背面パネル上の電源スイッチで制御されます。フォアラインポンプは、排気速度が 45 L/min の 2 段階ロータリーポンプです。

警告 **220 イオントラップ GC/MS システムを有害物の分析に使用する場合は、適切な安全規制と環境保護規制に適合した、フォアラインポンプ用排気システムを使用する必要があります。**

データシステム

データシステム（DS）はハードウェアとソフトウェアの両方のコンポーネントから成ります。

ハードウェアには、コンピュータ / 機器インタフェース、PC、ビデオディスプレイモニタ、およびオプションのプリンタが含まれます。

システムにインストールされるソフトウェアには、MS 制御プログラム、GC 制御プログラム、システムパラメータを自動的に設定するプログラム、スキャン制御 / データ測定 / データ処理を監督するプログラムなどがあります。

ソフトウェアの詳細については、MS ワークステーションソフトウェアのリファレンスマニュアルを参照してください。

コンピュータ / 機器インタフェース

MS は USB インタフェースを介してコンピュータデータシステムと接続し、GC はコンピュータデータシステムと LAN 接続します。GC および MS のリレー接点をつなぐリモート開始 / 終了ケーブルは、機器間におけるステータス情報の受け渡しに使用されます。

コンピュータハードウェア要件とソフトウェア要件

互換性のあるコンピュータハードウェアとソフトウェアの一覧は、Agilent のウェブサイト（http://www.Agilent.com/chem）に記載されています。

オートサンプラ

Agilent 7683、7693A、および CombiPAL の各オートサンプラを使用できます。取り付け方法と操作方法の詳細については、オートサンプラのマニュアルを参照してください。

安全にお使いいただくために

本機器を使用するにあたっては、忘れてはならない安全上の注意点がいくつかあります。

MS 内部で高電圧がかかる部品

MS が電源に接続されている場合は、電源スイッチが切れていても、危険な電圧が以下の箇所に残留している可能性があります。

- MS 電源コードと AC 電源間の配線、AC 電源本体、および AC 電源と電源スイッチ間の配線。

電源のスイッチがオンの場合は、以下の箇所に危険な電圧が残留している可能性があります。

- 機器内のすべての電子ボード。
- これらのボードに接続された内部配線およびケーブル。
- ヒーター（マニフォールド、イオントラップオーブン、MS トランスファラインなど）の配線。

警告 **これらの部品はすべて、カバーで遮蔽されています。安全カバーが適切な位置にあれば、危険な電圧に間違って接触する可能性はまずありません。特に指示されない限り、カバーを取り外す場合には、検出器、注入口、またはオーブンを必ずオフにしてください。**

警告 **電源コードの絶縁体が擦り切れたり磨耗したりした場合は、電源コードの交換をお願いします。不明な点は弊社カストマコンタクトセンターにお問い合わせください。**

静電気による MS の損傷

MS 内のプリントボードは、静電放電によって損傷する可能性があります。やむを得ない場合を除き、ボードには触らないでください。ボードを取り扱う必要がある場合は、接地されたリストストラップを着用し、その他の帯電防止措置を取ってください。

非常に高温となる部品

GC/MS の部品の多くは非常に高温で稼動しており、触れると重度のやけどを負う恐れがあります。次のような部品が高温になりますが、これがすべてではありません。

- 注入口
- オーブンとその内容物
- イオントラップオーブン
- MS マニフォールド
- MS トランスファライン
- イオントラップ GC 加熱インタフェース
- カラムを注入口または検出器に取り付けるカラムナット
- バルブボックス
- フォアラインポンプ

上記部分における作業は、加熱した部分を室温まで冷却してから行います。加熱した部分の温度を最初に室温に設定すると、早く温度が下がります。設定温度になったら、該当部分の電源を切ります。高温部分でのメンテナンスが必要な場合は、手袋を着用してレンチ等の工具類を使用します。できる限り、機器のメンテナンスを行う部分を冷却してから作業を実施してください。

警告 **機器の背面で作業を行う場合は注意してください。GC の冷却中に高温の排気が放出され、やけどの原因となる恐れがあります。**

警告 **注入口、検出器、バルブボックス、および絶縁カップを取り巻く絶縁体には、耐熱セラミック繊維が使用されています。繊維粒子を吸引しないように、次の安全手順を守ることをお勧めします。作業場所を換気してください。長袖、手袋、保護めがね、使い捨て防塵マスクを着用してください。絶縁体はビニールの袋に封をして処理してください。絶縁体を扱ったら、低刺激性の石鹸と冷水で手を洗ってください。**

標準のフォアラインポンプの下のオイルパンは引火する恐れがあります

オイルパン内の油布、紙タオルなどの吸収性のある素材は、発火してポンプや MS の他の部品を損傷する恐れがあります。

警告 **フォアライン（粗引き）ポンプの下、上、または周囲に置かれた可燃性のある素材（または、引火性 / 非引火性の浸潤性素材）は、引火の恐れがあります。パンを清潔に保ち、紙タオルなどの吸収性のある素材をなかに放置しないでください。**

安全および規制に関する認証

220 イオントラップ GC/MS は、次の安全基準に適合しています。

- Canadian Standards Association（CSA）: CAN/CSA-C222 No. 61010-1-04
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL): UL 61010–1
- International Electrotechnical Commission（IEC）: 61010–1
- EuroNorm（EN）: 61010–1

220 イオントラップ GC/MS は、電磁両立性（EMC）および無線周波数干渉（RFI）に関する次の規制に適合しています。

- CISPR 11/EN 55011: グループ 1、クラス A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ

この ISM デバイスは、カナダの ICES-001 に適合しています。Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.

220 イオントラップ GC/MS は、ISO 9001 に登録された品質システムに基づいて設計および製造されています。

情報

Agilent Technologies 220 イオントラップ GC/MS は、次の IEC（国際電気標準会議）の規格を満たしています。安全クラス 1、実験機器、設置カテゴリ II、汚染度 2。

本機器は、認証された安全基準に準拠して設計、テストされており、室内における使用を目的として設計されています。本機器が製造者の指定以外の方法で使用された場合、本機器に装備された安全保護機能が低下します。MS の安全保護機能が低下した場合は、すべての電源から機器を外して、意図しない動作が発生しないようにしてください。

修理については、正規のサービス員にお問い合わせください。部品を交換、または機器を無断で改造すると、安全上の問題が生じる可能性があります。

警告ラベル

この機器の操作、サービス、および修理の全段階を通じて、マニュアルやこの機器で表示される警告を必ず守ってください。これらの注意を遵守しなければ、設計の安全基準や機器の使用目的に反することになります。Agilent Technologies は、お客様がこれらの要件を遵守しなかった場合の責任は一切負わないものとします。

詳細については、付随情報を参照してください。

高温部を表します。

危険電圧を表します。

アース（接地）ターミナルを表します。

火災・爆発の危険性を表します。

または

放射能の危険を表します。

静電気の危険を表します。

このラベルの付いている電気製品は家庭ゴミとして捨ててはいけないことを示します。

電磁両立性（EMC）

このデバイスは CISPR 11 要件に準拠しています。操作は、次の条件のもとで実施されるものとします。

- このデバイスによる有害な干渉が発生しないこと。
- このデバイスは、すべての干渉（誤動作を引き起こす可能性のある干渉を含む）に順応できること。

この機器がラジオやテレビの受信に有害な干渉を引き起こすかどうかは、機器のスイッチをつけたり切ったりすることで判断できます。干渉を引き起こす場合は、次の手段を 1 つ以上試すことをお勧めします。

1. ラジオやアンテナの位置を動かす。
2. ラジオまたはテレビからデバイスを遠ざける。
3. デバイスを別のコンセントに差し込んで、ラジオまたはテレビとは別の電気回路を使用する。
4. すべての周辺機器についても EMC が認証されているか確認する。
5. 適切なケーブルでデバイスを周辺機器に接続しているか確認する。
6. 機器の販売店、Agilent Technologies、または実績のある技術者に相談して支援を求める。
7. Agilent Technologies が明示的に認めた以外の変更または改造が行われた場合、機器を操作するユーザー権限が無効になることがあります。

放射音圧レベル

音圧

音圧（Lp）< 70 dB（1991 年 EN 27779）

製品のクリーニング / リサイクル

外装をクリーニングする場合は、電源を外して、水気のない柔らかい布で拭いてください。製品のリサイクルについては、所在地域の弊社営業所にお問い合わせください。

液体の流入

MS に液体をこぼさないでください。

MS の移設と保管

MS の機能を適切に維持する最良の方法は、キャリアガスの流入で MS を真空排気して温度を保つことです。MS を移設あるいは保管する計画がある場合は、さらにいくつかの予防措置が必要となります。MS は常に直立した状態を維持しなければならず、移動中はこの点に特に注意が必要です。MS は長い間大気開放した状態のままであってはなりません。97 ページの「MS を移動する」を参照してください。

1 はじめに

2
GC カラムの取り付け

カラム　48
キャピラリカラムの取り外し　49
キャピラリカラムの取り付け準備　52
スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリ カラムの取り付け　54
キャピラリカラムのコンディショニング　56
キャピラリカラムの取り付け　57

お使いの GC/MS システムを稼動させる前に、GC カラムの選択、取り付け、コンディショニングが必要です。本章ではカラムの取り付けおよびコンディショニング方法を説明します。

カラム

カラムのコンディショニング

カラムを GC/MS トランスファラインに接続する前にコンディショニングが必要です。

キャピラリカラムの液相の一部が、キャリアガスによって流されることがよくあります。この現象をカラムブリードと言います。カラムブリードはイオン源に付着します。カラムブリードによって MS 感度が落ちるため、イオン源の洗浄が必要となります。

カラムブリードは、一般的に新しいカラムやクロスリンクが不十分なカラムで発生します。カラムが熱せられたときにキャリアガス中に微量の酸素があると、ブリードはさらにひどくなります。カラムブリードをできるだけ少なくするには、すべてのキャピラリカラムを**コンディショニングしてから** GC/MS トランスファラインに取り付けてください。

フェラルのコンディショニング

フェラルを取り付ける前に最高使用温度まで数回加熱すると、フェラルからの化学物質によるブリードを減らすことができます。

ヒント

- 普通の押しピンを使ってカラムナットから古いフェラルを取り外すことができます。
- 99.9995% 以上の純度のキャリアガスを常に使用してください。
- 何回も加熱と冷却を繰り返すと、熱膨張によって新しいフェラルが緩むことがあります。2、3 回加熱した後に、締まり具合を確認してください。
- カラムを取り扱うとき、特に GC/MS トランスファラインにカラムの先端を挿入するときは常に清潔な手袋を着用してください。

警告 **キャピラリカラムを取り扱うときは常に保護メガネを着用してください。カラムの先端で肌を刺さないように注意してください。**

キャピラリカラムの取り外し

準備するもの

- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 保護メガネ
- 両口スパナ、1/4 インチおよび 5/16 インチ（8710-0510）
- 両口スパナ、5/16 インチ
- 糸くずが出ない布
- アルミホイル
- セプタム

手順

警告

キャピラリカラムを取り扱うときは常に保護メガネを着用してください。カラムの先端で肌を刺さないように注意してください。

1 カラムを損傷したり、人体を危険にさらしたりしないよう、75 ページの「MS を GC から離す」のすべての手順に従います。

清潔なツールを使用し、ナイロン製の清潔なリントフリー手袋を着用することによって、トランスファライン、注入口、およびキャピラリカラムの汚染を防ぎます。部品を取り外す際は、清潔で糸くずのない無塗装面に部品を置きます。

2 3/16 インチスパナと 5/16 インチスパナを使用して、トランスファラインの先端のインタフェースナットをゆるめます。

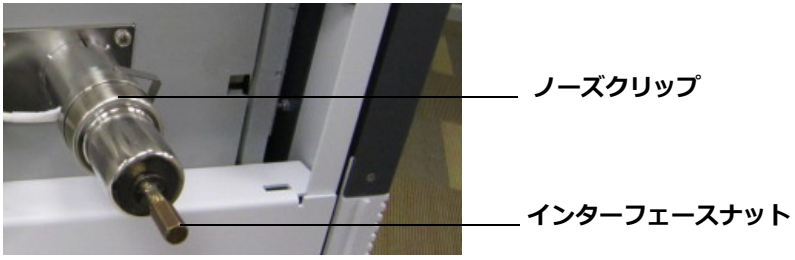


図 15 MS トランスファラインとカラムの接続

3 キャピラリカラムを MS トランスファラインから取り外します。

4 インタフェースカラムナットとフェラルをカラムから取り外します。

5 フェラルをナットから取り外してフェラルを廃棄するか、新しいインタフェースナット（394955100）を使用します。

6 GC オーブンの内側の GC 加熱インタフェースからカラムのトランスファライン側を引いて、オーブンに入れます。

7 カラムの出口側をセプタムで密封し、カラムサポートケージにカラムを巻きつけます。

MS トランスファラインを真空マニフォールドから取り出すには

1 トランスファライン加熱ケーブルを抜き取ります。

警告 **高電圧がかかっており危険です。MS の電源コードを必ず抜いてください。**

2 トランスファラインのノーズをつかんで、マニフォールドの方向に軽く押しながら反時計回りに回転させます。トランスファラインをマニフォールドからやさしく引き離します。

3 図 15 を参照してください。

4 トランスファラインを清潔なアルミホイルで包んで、清潔で乾燥した面に置きます。

5 アナライザの開口部をアルミホイルで覆います。

キャピラリカラムを GC 注入口から取り外すには

1. カラムを注入口に固定しているキャピラリカラムナットを 5/16 インチスパナでゆるめます。
2. ナット、フェラル、およびカラムを注入口から慎重に取り外します。
3. カラムナットをフェラルと共にずらして、カラムの終端から取り外します。
4. フェラルをカラムナットから取り外して、フェラルを廃棄します。
5. カラムサポートケージをカラムと共に慎重に持ち上げて、カラムハンガから取り外します。次に、サポートケージとカラムをオーブンから取り外します。
6. カラムの端をセプタムで密封します。
7. カラムとサポートケージを保管します。

キャピラリカラムの取り付け準備

準備するもの

- キャピラリカラム
- カラムカッター、セラミック製（5181-8836）またはダイヤモンド製（5183-4620）
- フェラル
  - 0.27-mm id、0.10-mm id カラム用（5062-3518）
  - 0.37-mm id、0.20-mm id カラム用（5062-3516）
  - 0.40-mm id、0.25-mm id カラム用（5181-3323）
  - 0.5-mm id、0.32-mm id カラム用（5062-3514）
  - 0.8-mm id、0.53-mm id カラム用（5062-3512）
- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 注入口カラムナット（Agilent 7890 用 5181-8830）
- ルーペ
- セプタム（使用されて古くなった注入口セプタムでも可）
- 糸くずが出ない布
- メタノール

手順

警告

キャピラリカラムを取り扱うときは常に保護メガネを着用してください。カラムの先端で肌を刺さないように注意してください。

1 セプタム、カラムナットおよびコンディショニングされたフェラルをカラムの端に突き通します（図 16）。フェラルのテーパー側を上に向けて通します。

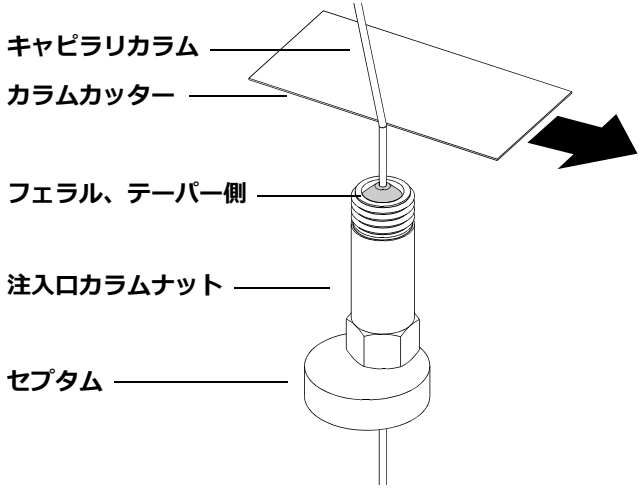


図 16　キャピラリカラムの取り付け準備

2 カラムカッターを使用してカラムの端から 2 cm のところに傷を付けます。

3 カラムの端を折ります。カラムカッターで傷を付けた反対側から親指でカラムを押さえます。カラムカッターの反対方向へカラムを折ります。

4 端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、ステップ 2 および 3 を繰り返します。

5 カラムの先端の外側をクリーニングする場合は、メタノールで湿らせた柔らかい布で拭いてください。

スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

準備するもの

- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- カラム測定ツール（393180501）
- 両口スパナ、1/4 インチおよび 5/16 インチ（8710-0510）
- イソプロパノール

他のタイプの注入口にカラムを取り付けるには、『ガスクロマトグラフユーザー情報』を参照してください。

手順

1 カラムの MS 側の終端を GC のサポートケージから約 60 cm（24 インチ）巻き戻します。

2 カラムを GC オーブン内のカラムラックに置きます。

3 カラムの注入口側の取り付け準備をします（52 ページの「キャピラリカラムの取り付け準備」を参照してください）。

4 カラムをフェラルの端から 4 ～ 6 mm 出るように調整します（図 17）。

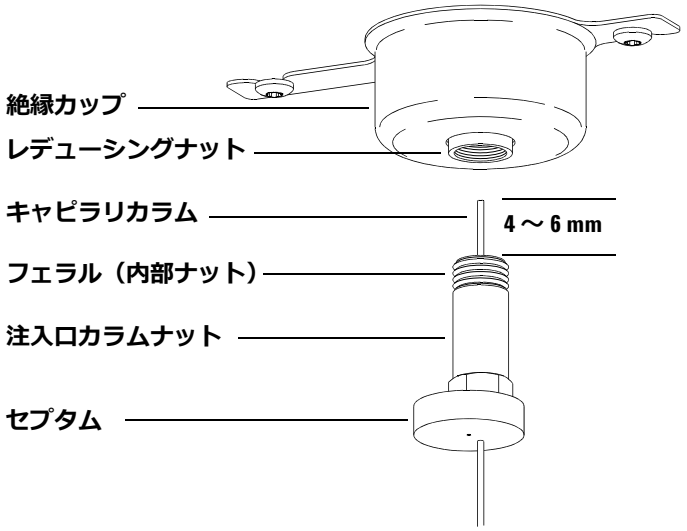


図 17　スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

5 セプタムをずらしてナットとフェラルを正しい位置にします。

6 カラムを注入口に挿入します。

7 ナットをスライドさせてカラムを注入口の底まで上げ、ナットを指で締めます。

8 セプタムがカラムナットの底と接するようにカラム位置を調整します。

9 カラムナットをさらに 1/4 から 1/2 回転締めます。軽く引っ張ってもカラムがずれないようにします。

10 キャリアガスをオンにします。

11 カラムの出口側をイソプロパノール等に浸けてガスの流れを検証します。泡が出ていることを確認します。

キャピラリカラムのコンディショニング

準備するもの

- キャリアガス（純度 99.9995% 以上）
- 両口スパナ、1/4 インチおよび 5/16 インチ（8710-0510）
- サンプルバイアル（メタノール）

手順

1 カラムを GC 注入口に取り付けます（54 ページの「スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリ カラムの取り付け」を参照してください）。

2 GC オーブンを加熱せずに 15 分間キャリアガスをカラムに流します。

3 オーブンの温度を 5 ℃ /min の割合で、使用する分析温度の最高値より 10 ℃ 高い温度まで上げます。

4 オーブン温度が 80 ℃ を超えたら、5 µL のメタノールを GC に注入します。5 分間隔であと 2 回繰り返します。このような処置を行ってカラムから汚染物質を除去してから、GC/MS インタフェースにカラムを取り付けてください。

注意 GC/MS インタフェース、GC オーブン、または注入口のいずれも、カラム温度の最高使用温度を超えてはなりません。

5 この温度を保ちます。キャリアガスを数時間または一晩中流し続けます。

6 GC オーブン温度を低い待機温度に戻します。

キャピラリカラムの取り付け

準備するもの

- カラムカッター、セラミック製（5181-8836）またはダイヤモンド製（5183-4620）
- フェラル
  - 0.3-mm id、0.10-mm id カラム用（5062-3507）
  - 0.4-mm id、0.20-mm id および 0.25-mm id カラム用（5062-3508）
  - 0.5-mm id、0.32-mm id カラム用（5062-3506）
  - 0.8-mm id、0.53-mm id カラム用（5062-3512）
- ルーペ（拡大ルーペ）
- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- インタフェースカラムナット（394955100）
- 保護メガネ
- 両口スパナ、1/4 インチおよび 5/16 インチ（8710-0510）
- 両口スパナ、3/16 インチ
- 糸くずが出ない布

手順

警告

キャピラリカラムを取り扱うときは常に保護メガネを着用してください。カラムの先端で肌を刺さないように注意してください。

1 GC 注入口にカラムを取り付けて、カラムをコンディショニングします。54 ページの「スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリ カラムの取り付け」と 56 ページの「キャピラリカラムのコンディショニング」を参照してください。

2 オーブン、注入口、GC 加熱インタフェース、および MS トランスファラインの温度を 35 ℃ に設定して、GC の加熱サーフェスを冷却します。GC はオーブンの冷却を機械的に支援するため、GC の電源を切らないでください。カラムの液相を破損しないよう、カラムが冷却するまでキャリアガス流量を停止しないでください。

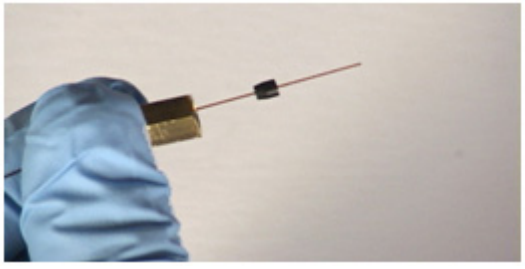
3 MS トランスファラインを MS から取り外して、機器作業台上の糸くずが出ない布に置きます。76 ページの「トランスファラインの退避」を参照してください。

4 GC オーブンドアを開いて、カラムの MS 側の終端をサポートケージから約 60 cm（24 インチ）巻き戻します。

5 GC の右側にある GC 加熱インタフェースの開口部からカラムを差し込みます。十分な長さのカラムが GC 加熱インタフェースから突き出るようにして、MS トランスファラインと接続できるようにします。

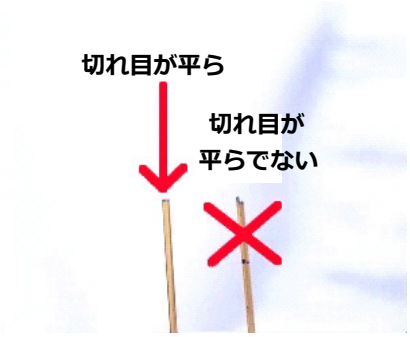
6 幅広のネジ山が付いたインタフェースナットをカラムの終端に向かってスライドさせます。次に、ナットをカラム上で 5 cm（数インチ）ほどスライドさせます。

7 テーパがインタフェースナットに面するようにして、コンディショニングされた新しいグラファイト /Vespel フェラルを GC カラムの出口側に取り付けます。フェラルをナットと共にカラム上で約 30 cm（12 インチ）スライドさせます。



8 カラムの先端をトランスファラインのノーズ側から慎重に差し込んで、カラムをスライドさせてトランスファラインに通し、カラムの先端がトランスファラインの先端より約 20 cm（8、9 インチ）突き出るようにします。

9 セラミックウェハカッターを使ってカラムの先端から約 2 cm（1 インチ）の箇所に一度軽く傷を付けます。



10 メタノールに浸したローリントワイパーでカラムの終端 15 cm（6.0 インチ）をやさしく拭きます。ワイパーの繊維がカラム先端の開口部から混入するのを防ぐため、カラムの先端に向かって拭いてください。

カラムを MS トランスファラインに取り付けるには

1 インタフェースカラムナットをトランスファラインの終端に留めます。ただし、ナットを完全に締めないでください。

2 カラムの先端がトランスファラインの終端より 0.5 ～ 1 mm 突き出るようにします。

注意

ナットを締めるときに、トランスファライン内のカラム位置が変わる可能性があります。その場合は、ナットをゆるめてカラムの位置を再調整して、カラムがトランスファラインの先端から適切な長さだけ突き出るようにしてください。

3 3/16 インチスパナでトランスファラインをしっかりつかんでインタフェスナットを締め、5/16 インチスパナでインタフェースナットを締めます。ナットを 1/4 から 1/2 回転締めます。

4 MS トランスファラインの先端をメタノールでクリーニングします。

次に、93 ページの「GC に対して正しい位置に MS を移動する」を参照してください。

3
MS メンテナンス

フォアラインポンプ　62
オイルミストカートリッジの交換　67
冷却ファンのチェック　69
ターボ分子ポンプの交換　70
イオントラップのメンテナンス　73
MS をオフにする　74
MS を GC から離す　75
トランスファラインの退避　76
トランスファラインをイオントラップから取り外す　76
アナライザアセンブリの取り外し　78
エレクトロンマルチプライヤ（EM）の交換　79
フィラメントの交換　81
イオントラップオーブンの取り外し　83
トラップコンポーネントのクリーニング　84
トラップの組み立て　89
トラップオーブンアセンブリを再度取り付ける　90
EM を取り付ける　91
アナライザアセンブリを取り付ける　92
GC に対して正しい位置に MS を移動する　93
ベントを閉じる　94
MS をオンにする　94
トラップの焼き出し　95
イオントラップの動作チェック　96
キャリブレーション化合物バイアルの充填　96
MS を移動する　97

このセクションでは、クイックリファレンスに記載されている日常的な MS メンテナンスタスクの手順について説明します。

フォアラインポンプ

フォアラインポンプオイルのチェック

ロータリーベインポンプを使用する場合は、2 ～ 3 か月ごとにオイルのレベルと状態をチェックします。ポンプはスイッチを切っても、温まった状態のままです。

1 監視窓ガラスを使って、オイルが最大レベルと最小レベルの中間にあることを確認します。オイルレベルが最小レベル未満の場合は、レベルが最大レベルと最小レベルの中間になるまで、フィラーポートを通じてオイル（部品番号 8829953800）を徐々に追加します。漏斗が役立つ場合があります。

2 ポンプのオイルが澄んでいて明るい茶色になっていることを確認します。

- オイルが濁っている場合は、63 ページの「フォアラインポンプオイルのパージ」で説明されているとおりにパージします。
- オイルが黒ずんでいて焼け焦げた匂いがする場合は、64 ページの「フォアラインポンプオイルの交換」で説明されているとおりに交換します。

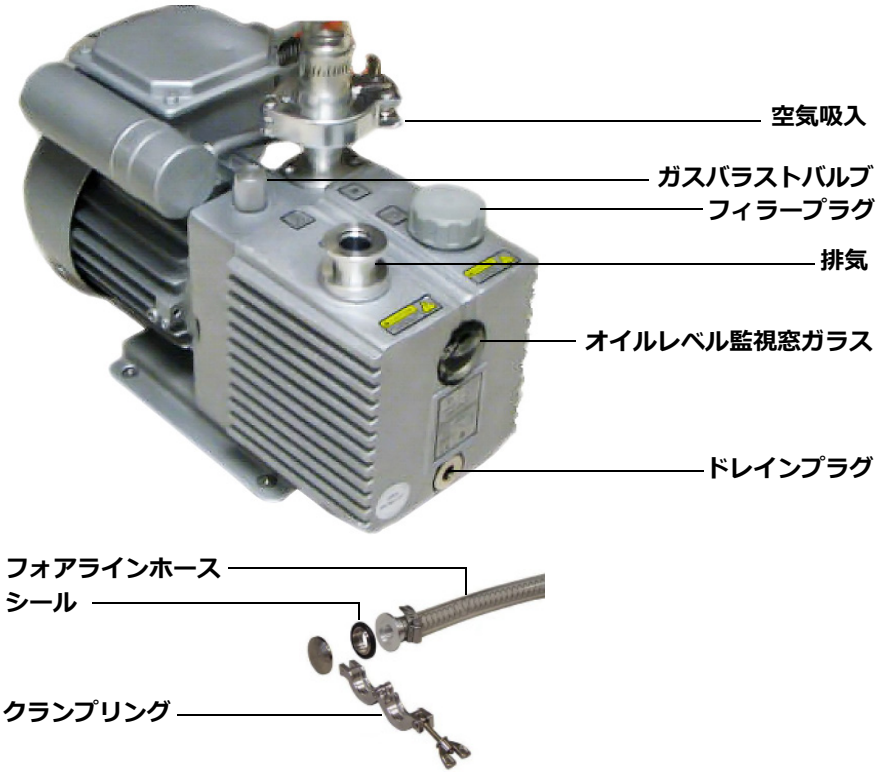


図 18　DS-42 フォアラインポンプ

フォアラインポンプオイルのパージ

サンプルの蒸気が凝縮して、フォアラインポンプオイルに蓄積する場合があります。そのような凝縮の影響でポンプの効率が低下し、オイル寿命が短くなる可能性があります。ただし、パージを毎週行うことでオイルは回復します。

フィラメントまたは EM がオンになっているときや、MS によるデータ取得中にパージを行わないでください。

1 開いた排気ポートに排気ベントを設置します。

2 フォアラインポンプが動作している状態のまま、ガスバラストバルブを反時計方向に回転させて開いた位置にします。ポンプの音が大きくなり、オイルの蒸気が放出されます。

3 10 分後に、ガスバラストバルブを閉じた位置に戻します。

4 排気ベントを取り外します。

フォアラインポンプオイルの交換

ポンプの最適な性能と最長寿命を維持するため、少なくとも 1 年に 1 回またはオイルが黒ずんで焼け焦げた匂いがする場合に、ポンプオイルとオイルミストフィルタカートリッジを交換してください。オイル交換はオイルが温まった状態のときに行う必要があります。

1 MS をオフにしてベントを行います。

2 MS の後部からポンプの電源コードを取り外します。

3 クランプリングを取り外して、フォアラインポンプから真空ホースを取り外します。

4 ホースを引き抜き、きれいなリントフリー表面にシールを配置します。

警告 **ポンプの重さは 25 kg（55 lb.）です。怪我をしないよう、適切な方法で移動したり持ち上げたりしてください。**

5 フォアラインポンプを高さのある設置面に慎重に置きます。表面は、ポンプを前方に傾けたときに 0.5 リットル（0.5 US qt）以上の容量のコンテナをドレインポートの下に置くのに十分な高さを維持する必要があります。開口部の直径が 6 インチ（15 cm）以上のコンテナを使用すると、この作業を楽に行えます。

6 オイルパンをドレインポートの下に置いて、流出するオイルを受け止めます。

警告 **危険な化学物質が含まれている可能性があります。皮膚に接触しないよう注意してください。目と皮膚を保護する適切な保護具を使用してください。**

7 ポンプ上部のプラスチックカバーとフィラープラグを取り外します。

8 オイルを受け止めるコンテナを置き、ポンプ正面のドレインプラグをゆっくり取り外します。

警告

使用済みのポンプオイルには、MS サンプルの有毒な残留物が蓄積しています。該当する規制に従って、使用済みのすべてのポンプオイルを処理します。必要に応じて、危険を警告するラベルをコンテナに添付します。

9 ポンプを前方に傾けて、オイルの流出が止まるまでそのままにします。

10 ポンプを水平に戻して、ドレインプラグを取り付け直します。

11 吸引ポートを開いた状態でポンプを約 10 秒間動作させます。これにより、残留オイルがポンプブロックから除去されます。

警告

危険な化学物質が含まれている可能性があります。排気ポートから放出されるオイルミストを吸い込まないように注意してください。

12 ドレインプラグを外し、ポンプを傾けてオイルを排出させます。

13 ポンプを水平な位置に戻します。

14 排出ポートに残っているオイルを拭き取り、ドレインプラグを取り付け直します。

オイルが特に汚れている場合は、次の手順をスキップして 66 ページの「ポンプオイルのフラッシング」を参照してから新しいオイルを充填します。

15 監視窓ガラスから見えるオイルレベルが最大レベルになるまで、フィラーポートを通じて、新しいオイル（部品番号 8829953800）をポンプに充填します。漏斗が役立つ場合があります。

ポンプオイルのフラッシング

ポンプオイルが特に汚れている場合は、ポンプをフラッシングします。

ポンプのドレイン排出後（前の手順 1 ～ 14）に次の手順を実行します。

1. 4 mm アレンスパナを使用して注入ポートのロックネジを外し、注入ポートフィルタを取り外します。30 mm 両口スパナを使用し、注入ポートを回して外します。さらに、ピンセットまたはラジオペンチを使用して、フィルタを引き上げます。
2. ぬるい石けん水にフィルタを浸してクリーニングします。洗浄後、空気または窒素で乾かします。
3. フィルタを取り付け直します。
4. 注入ポートをポンプハウスに取り付けなおし、ロックネジで固定します。
5. 注入ポートを通じて 0.33 リットル（0.35 US qt）の新しいポンプオイルを注入し、ポンプを作動させます。

警告 **危険な化学物質が含まれている可能性があります。排気ポートから放出されるオイルミストを吸い込まないように注意してください。**

6. ポンプを停止し、フラッシングオイルをドレイン排出させて前の説明のとおりに交換します。

オイルミストカートリッジの交換

次の項では、DS-42 オイルミストエリミネータのカートリッジの交換方法について説明します。カートリッジが飽和状態になると、過剰なミストやオイルが噴き出す場合があります。その場合は、カートリッジを交換する必要があります。

オイルを交換するときに、ポンプの排気ポート上にあるオイルミストエリミネータのカートリッジを交換します。

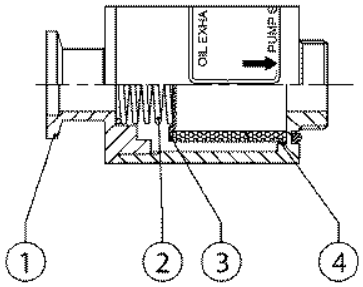


図 19　　DS-42 オイルミストカートリッジ

オイルミストエリミネータを分解するには

1. 上部ハウジング（1）を緩めて取り外します。
2. スプリング（2）を取り外します。
3. バルブ（3）を取り外します。
4. カートリッジ（4）を取り外します。
5. 乾いた布で部品をクリーニングします。
6. 石けん水で油脂を除去します。
7. きれいな水で洗浄して乾かします。

オイルミストエリミネータを組み立て直すには

1. 新しいカートリッジ（4）を取り付けます。
2. そっと押して、確実に取り付けられていることを確認します。
3. 盛り上がった中央部分がカートリッジに収まるようにバルブ（3）を取り付けます。
4. スプリング（2）をバルブ（3）に対して中央合わせします。
5. アセンブリ全体を上部ハウジング（1）で覆って、O リングガスケットがハウジングにぴったり接触していることを確認します。
6. 上部ハウジングと下部ハウジングを締め付けます。

注意 カートリッジを数回交換した後は、O リングガスケットの交換が必要になる場合があります。

冷却ファンのチェック

注意 過熱を防ぐため、冷却ファンの空気取り入れ口を塞がないでください。

冷却ファンは、ターボ分子ポンプとエレクトロニクスモジュールの最適温度を維持します。冷却ファンがない場合は、ターボ分子ポンプと温度に敏感な電子コンポーネントの寿命が短くなります。冷却システムの適切な動作を維持するため、MS はカバーを所定の位置に使用して操作します。220 MS の背面パネルにある 2 つのファンを、少なくとも毎週 1 回チェックします。

ファンの動作をチェックするには

1 MS フロントパネルスイッチ、回路ブレーカー、サービススイッチがオンになっていることを確認します。MS フロントパネルスイッチの場所については、12 ページの図 1 を参照してください。サービススイッチの場所については、13 ページの図 2 を参照してください。

2 大きい紙をいずれかのファンガードの上部にかざします。紙がファンのインレットに吸い込まれない場合は、ファンが壊れています。交換については、Agilent カストマサポート担当者にお問い合わせください。

3 2 つ目のファンを同じ方法でチェックします。

障害が発生しそうなファンを特定するには

ファンの騒音が通常よりも大きい場合は、障害が発生する可能性が高いため交換する必要があります。

1 MS から上部カバーを取り外します。サービススイッチをオフにして電子部品コンパートメントファンを停止し、上部カバーを取り付けます。サービススイッチの場所については、13 ページの図 2 を参照してください。

- 電子部品ファンをオフにした状態でファンの騒音が聞こえる場合は、ターボ分子ポンプの冷却ファンに障害があります。
- そのファンを停止すると騒音が聞こえなくなる場合は、電子部品コンパートメントファンに障害があります。

2 サービススイッチをオンに設定して、電子部品コンパートメントファンを動作させます。サービススイッチの場所については、13 ページの図 2 を参照してください。

3 動作しなくなる前に障害のあるファンを交換するには、Agilent カストマサポート担当者にお問い合わせください。

ターボ分子ポンプの交換

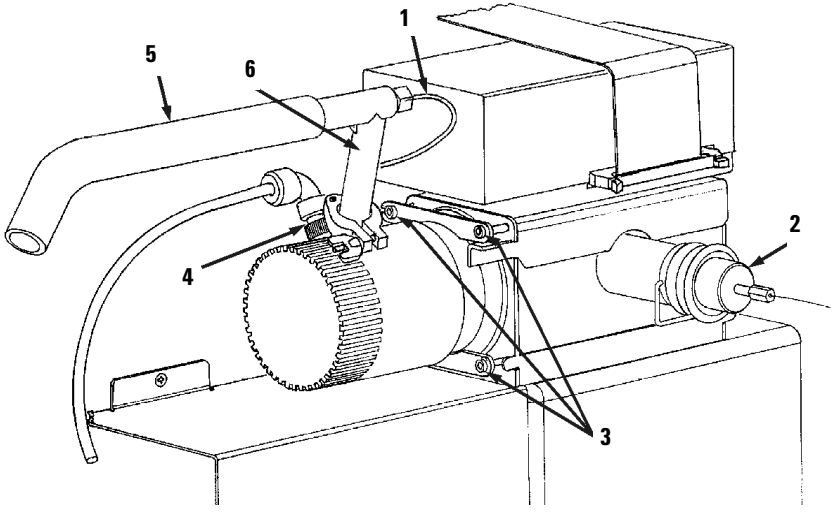
ターボ分子ポンプを取り外すには

1 MS をオフにします。74 ページの「MS をオフにする」を参照してください。

2 メイン電源スイッチがオフになっていること、真空システムがベントされていること、および電源コードが抜かれていることを確認します。

3 GC カラムを壊さないように注意して、MS を 12 ～ 18 インチ（30 ～ 46 cm）ほどスライドさせて GC から離します。75 ページの「MS を GC から離す」を参照してください。

4 MS カバーの両側をつかんで持ち上げながら取り外します。



1 ニューマティック排気チューブ

2 トランスファライン

4 ターボ分子ケーブル

5 真空ホース

6 真空ホースエルボ

図 20 ターボ分子ポンプの接続

5 1/8 インチニューマティック排気チューブ（1）を真空ホースエルボ（6）から取り外します。

6 クランプリングを外し、エルボをポンプから引き離して、真空ホースエルボ（6）をターボ分子ポンプから取り外します。

7 真空ホース（5）を機器の後部に可能な限り引き寄せます。

8 ターボ分子排気ポートシールを取り外して、後で使用できるように汚れのないリントフリー表面に置きます。

9 コネクタのリングを反時計方向に回転させて、ターボ分子ケーブル（4）をターボ分子ポンプから外します。コネクタが完全に外れるまで回転させます。

ターボ分子ポンプの固定を解除するには

1 3/16 インチのボールポイント六角ドライバを使用して、4 本のクランプネジ（3）をそれぞれ約 2 回転させて緩めます。

2 本の内側クランプネジは完全に取り外さずに残します（取り外す必要がある場合は、ターボ分子ポンプを MS から外した後でネジを元の位置に戻してください）。

2 外側のクランプネジ（下部）を取り外します。

3 ターボ分子ポンプを一定の位置に保持しながら、下部クランプを取り外します。

4 外側のクランプネジ（上部）を取り外します（トランスファラインに最も近い位置）。

5 ターボ分子ポンプを一定の位置に保持しながら、上部クランプを取り外します。

ターボ分子ポンプを取り付けて固定させるには

1 ターボ分子ポンプを後ろへ引き動かした後持ち上げ、MS から離します。

2 大きいシールをターボ分子ポンプのインレットから外して、新しいターボ分子ポンプのインレット（部品番号 393076401）に取り付けます。シールの向きは重要ではありません。

- 新しいターボ分子ポンプの排気ポート上の赤いキャップをそのまま残します。

3 新しいターボ分子ポンプとシールを慎重にスライドさせて、マニホールドの端部に位置付けます。
   - 電気接続（ターボ分子ケーブル）は、必ずバルクヘッドの方へ傾けます。たとえば、MS の後部から見て左へ傾けます。
   - ターボ分子ポンプ正面のマニホールド上のシール表面を傷つけないように注意してください。
4 上部クランプを挿入して、緩めに締め付けます。
5 下部クランプを挿入して、緩めに締め付けます。
6 4 本のクランプネジをすべてしっかり締め付けます。

ターボ分子ポンプを他のコンポーネントに再び接続するには

1 ターボ分子ポンプケーブルを再び接続します。固定リングを時計方向に押しまわして、ケーブルを固定します。
2 ターボ分子ポンプの排気ポート上の赤いキャップを取り外します。
3 ターボ分子ポンプ排気ポートにシールを取り付けます。
4 真空ホースエルボとクランプを再び接続します。
5 ニューマティック排気チューブを再び接続します。

ターボ分子ポンプの設置を完了するには

1 ベントバルブが閉じていることを確認します。
2 電源コードを差し込みます。
3 背面パネルのメイン電源スイッチをオンにします。
4 上部と下部のクランプネジを締め付けます。
5 [Diagnostics] メニューの [Vacuum System Status] を使用して、ターボ分子ポンプの速度を監視します。
6 ポンプが正常に動作している場合は、上部カバーを取り付けます。
7 GC と MS を一緒にスライドさせて戻します。93 ページの「GC に対して正しい位置に MS を移動する」を参照してください。
8 古いターボ分子ポンプを処分します。該当するすべての健康および安全上の規制に必ず従ってください。

イオントラップのメンテナンス

フィラメントまたは EM のクリーニングおよび交換を行う必要がある場合に、イオントラップをメンテナンスします。次のフローチャートは、イオントラップメンテナンス作業の一般的な流れを示しています。それぞれの手順について詳細に説明します。

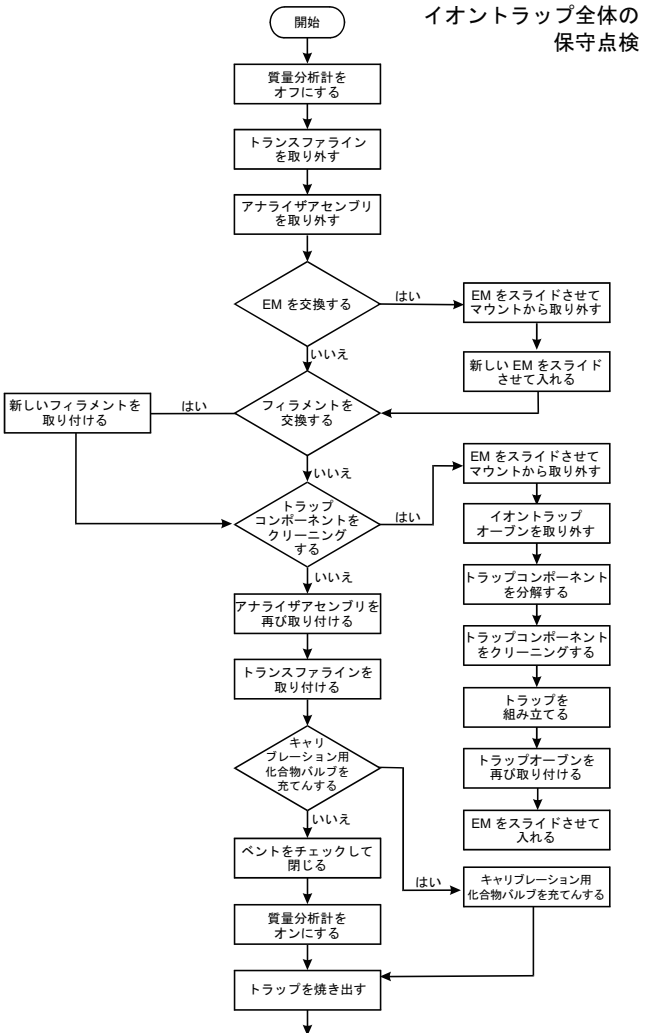


図 21 イオントラップ全体のメンテナンス

MS をオフにする

警告 **分解する前に加熱部を冷却するようにします。**

冷却した MS をオフにするには

1. フロントパネルのメイン電源スイッチを切って、ターボ分子ポンプ、フォアラインポンプ、すべての電子部品を停止します。
2. MS 電源コードを抜きます。
3. フロントパネルのドアを開き、トグルベントバルブを 1 秒間持ち上げて、ターボ分子ポンプの速度を低下させます。
4. ポンプのスピンダウンが停止したら、ベントバルブを開きます。システムが完全にベントされるまで、たとえば、約 5 ～ 10 分間開いたままにします。

MS を GC から離す

1 オーブン温度、注入口温度、GC 加熱インターフェイス温度、および MS トランスファライン温度を 35 ℃に設定して、GC 加熱表面を冷却します。オーブンを機械的に冷却しやすくするために GC をオフにしないでください。カラムの固定相に損傷を与えないよう、カラムが冷却されるまでキャリアガス流量を停止しないでください。

2 GC 前面の**電源**スイッチを押して GC をオフにします。

3 MS をオフにして外します。74 ページの「MS をオフにする」を参照してください。

警告　**危険な高電圧に注意してください。電源コードを抜きます。**

4 GC オーブンドアを開きます。キャピラリカラムの MS 端に約 30 cm（12 in）のたるみを設けます。カラムのたるみが自由に動いてカラムラックまたはケージの妨げにならないことを確認します。

5 機器後部のアタッチメントが、MS を GC から 9 インチ（23 cm）離すのに十分な長さを備えていることを確認します。

注意　カラムが絡んだりねじれたりしないよう、MS はごく慎重に GC から離す必要があります。カラム、GC 加熱インターフェイス、MS トランスファラインの軸アライメントを維持できないと、カラムが壊れる可能性があります。

6 トランスファラインと GCHI ホールの正しい位置関係を維持しながら MS をゆっくりスライドさせて GC から離し、数インチごとに停止してオーブン内でカラムが引っかかっていないか確認します。MS は 23 cm（9 in）以内の範囲で GC から離してください。

7 MS トランスファラインをイオントラップから取り外すには、76 ページの「トランスファラインの退避」を参照してください。

トランスファラインの退避

1 トランスファラインの退避または取り外しを行う前に、アナライザアセンブリを完全にベントします。真空状態でトランスファラインを退避させるのは困難です。74 ページの「MS をオフにする」を参照してください。

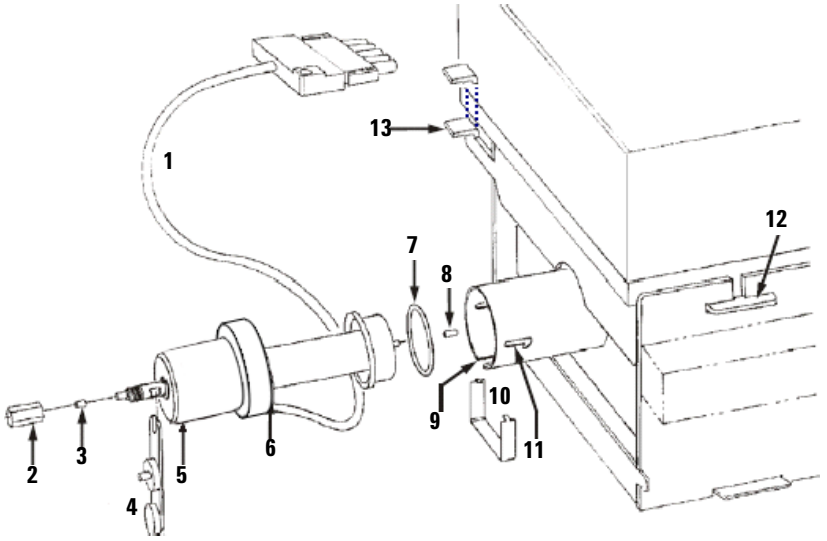
2 トランスファラインのノーズ部分を持ち、その部分を反時計方向に押し回します。

3 トランスファラインをアナライザから引き離します。

ほとんどの状況では、アナライザを取り外す場合にのみトランスファラインを退避させる必要があります。トランスファラインを取り外す必要がある場合は（たとえば、O リングの点検または交換）、76 ページの「トランスファラインをイオントラップから取り外す」を参照してください。

トランスファラインをイオントラップから取り外す

1 バヨネットマウント内のバヨネットマウントスロット（11）から両側をゆっくり引き離して、ノーズクリップ（10）を取り外します。



2 アセンブリ全体がトランスファラインのバヨネットマウントシェルから解放されるまで、ノーズをアナライザから引き離します。

カラムがトランスファラインに接続されている場合は、十分に注意してください。

警告　**危険な高電圧に注意してください。MS の電源コードを抜きます。**

3 MS の接続が外されていることを確認してください。

4 両側をつかんで持ち上げながら MS の上部カバーを取り外します。

5 機器の上部に近い位置にあるトラップヒーターハーネスを外します。

アナライザアセンブリの取り外し

1 MS トランスファラインが接続されている場合は、退避させます。76 ページの「トランスファラインの退避」を参照してください。

注意 アナライザアセンブリを取り外す前に、トランスファラインを退避させる必要があります。

警告 **危険な高電圧に注意してください。MS の電源コードを抜きます。**

2 MS が外されていることを確認してください。
3 両側をつかんで持ち上げながら MS の上部カバーを取り外します。
4 機器の上部に近い位置にあるトラップヒーターハーネスを外します。
5 アナライザアセンブリの側面で（トランスファラインの近く）、電源リボンケーブル上の固定タブを押し出します。これによりケーブルが解放されます。
6 リボンケーブルを引き出して、アナライザから離します。

注意 汚染防止のため、部品を扱うときはラテックスまたはニトリル手袋を着用してください。

7 2 つのアナライザリリースタブを押し下げて広げます。

MS システムによっては、固定タブをブロックするトランスファライン取り外しフラップが用意されています。そのようなフラップがある場合は、作業中に位置を変え、アナライザを交換した後に元の位置に戻します。

8 後部端を慎重に上に傾けて、アナライザを取り外します。
9 アナライザアセンブリを後方へ移動して、フロントタブを解放します。
10 アナライザの上下を逆にして平らな表面に置きます。

エレクトロンマルチプライヤ（EM）の交換

EM は可能な限りイオントラップに近い位置に取り付ける必要があります。ただし、EM グリッドとトラップが接触しないよう注意しなければなりません。部品についての詳細は、80 ページの図 22 を参照してください。

EM を取り外すには

1. トラック（2）に沿って、カチッという音がするまで EM マウント（5）を後ろへスライドさせます。
2. やや力を弱めて EM マウントがトラックから外れるまで、EM マウントをさらにスライドさせます。
3. EM を保護するため、そのいずれかの側面を下向きにして平らな表面に置きます。ガラス製の EM グリッド（4）が他の面などに接触しないようにします。

EM を取り付けるには

1. トラックに沿って EM （5）を前へスライドさせます。
2. EM マウントを前へ押して、可能な限りイオントラップに近づけます。アセンブリを所定の位置にはめ込む必要があります。

3 高電圧ピン（7）およびシグナルフィードスルーピン（3）が EM の接点（6）としっかり接触していることを確認します。

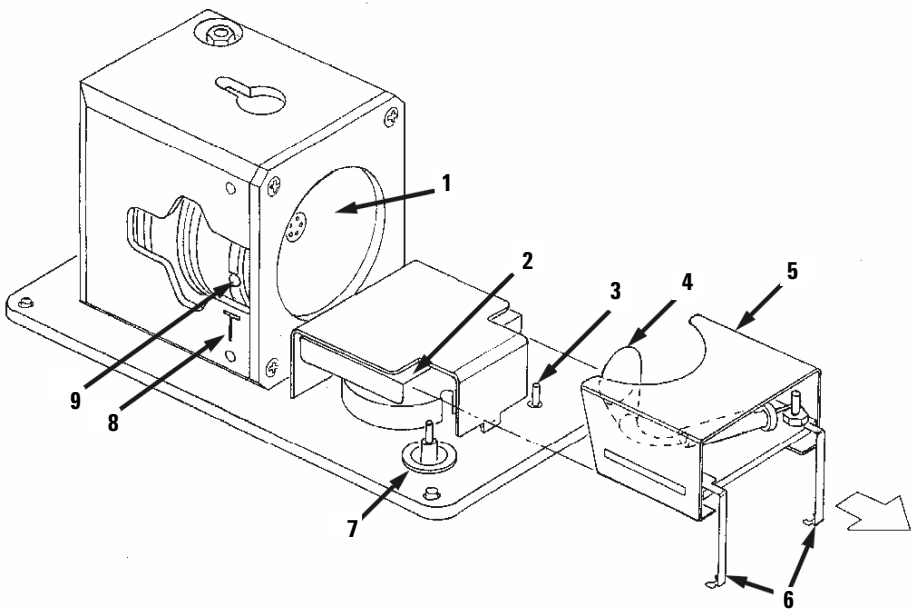


図 22 EM

表 3 EM の部品（図 22）

1	出口エンドキャップ	6	EM 接点
2	EM トラック	7	EM 高電圧ピン
3	EM シグナルピン	8	トランスファラインアライメント
4	EM グリッド	9	トランスファラインの差込穴
5	EM マウント		

フィラメントの交換

1 フィラメントアセンブリがこちらを向くようにトラップを回転させます。

2 ワイヤがピンから外れるまでそれぞれのピンコネクタをゆっくり引き上げて、フィラメントコネクタをフランジフィードスルーピンから取り外します。

3 プラスドライバを使用して、フィラメントリテーナのネジを緩めます。

4 フィラメントクリップを下へスライドさせて、セラミックフィラメントディスクから外します。

5 フィラメントアセンブリを取り外します。

フィラメントの差込穴の周囲部分を点検して、カーボンが付着していないかを確認します。この部分にカーボンが蓄積していると、感度が低下したりフィラメントの寿命が短くなったりする場合があります。この部分を洗浄してからフィラメントアセンブリを交換してください。

6 新しいフィラメントアセンブリをトラップオーブンに取り付けます。その際に平らな側を下にし（アナライザプレート、7 に向かって）、1、2、および C の位置のピンを位置合わせします。

7 フィラメントクリップをフィラメントディスクへとスライドさせて、ネジを締め付けます。クリップがどのフィラメントコネクタにも接触しないように注意してください。

8 フィラメントコネクタをフランジポストコネクタに接続します。

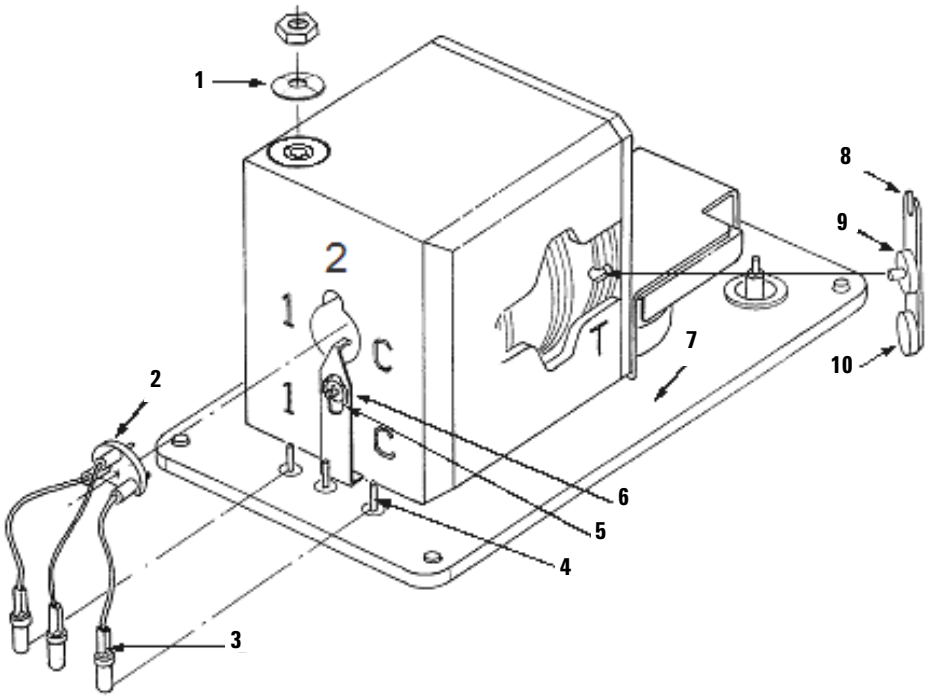


図 23 フィラメントアセンブリ

表 4 フィラメントアセンブリ（図 23）

1	ベルビルワッシャ	6	フィラメントリテーナ
2	セラミックフィラメント アセンブリ	7	アナライザフランジ
3	フィラメントコネクタ	8	トランスファラインアライメント ツール
4	フィラメント用ポストコネクタ	9	センターディスク
5	ネジ	10	フィーラーディスク

イオントラップオーブンの取り外し

イオントラップオーブンを取り外すときは手袋を着用してください。

1 EM を取り外し、側面を下にして置きます。

2 すべてのワイヤがフランジから外れるまでそれぞれのピンコネクタをゆっくり引き上げて、フィラメントワイヤをフランジフィードスルーピン（ラベル 1、2、C）から取り外します。

3 標準の 11/32 インチナットドライバを使用して、ナットを外します。

4 トラップオーブンアセンブリをゆっくり持ち上げてヒーターポストとサーモウェルから離します。

注意　アセンブリの回転角度は 2 度を超えないようにしてください。その制限を超えると、接点のスプリングに損傷を与える可能性があります。

5 アナライザアセンブリを逆さにして、ベルビルワッシャを外します。

トラップコンポーネントのクリーニング

次の手順に従って、トラップコンポーネントをクリーニングします。

1 84 ページの「トラップコンポーネントを分解する」。

2 85 ページの「トラップコンポーネントのクリーニング」。

3 89 ページの「トラップの組み立て」。

トラップコンポーネントを分解する

1 フィラメントワイヤを損傷から保護するために、オーブンフィラメントの側面を下にした状態で立てます。

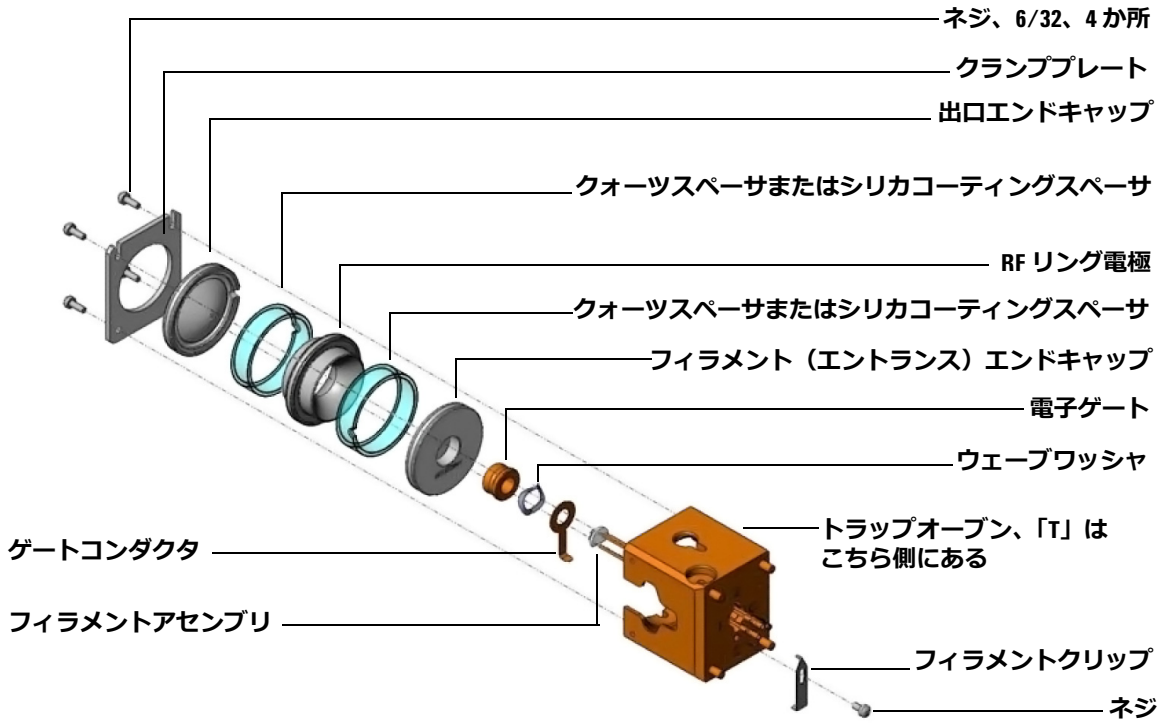


図 24 イオントラップアセンブリ

2 溝穴にある 2 本のネジを 3 ～ 4 回転させて緩めます。ネジは外さないでください。

3 溝穴でない穴の 2 本のネジを完全に取り外します。

4 クランププレートをスライドさせてトラップオーブンから外します。

5 電極スタック全体を持ち上げて引き出すか、それぞれの部品を 1 つずつ取り外します。クォーツスペーサに傷を付けないよう十分注意してください。

6 電極のみをクリーニングする場合は、ゲート部品をオーブンに残します。それ以外の場合は、オーブンを上下逆にしてゲート、ウェーブスプリングワッシャ、ゲートコンダクタを取り外します。

シリカコーティングスペーサは、内面が光沢のある鏡のように仕上げられています。

トラップコンポーネントのクリーニング

次の手順に従って、イオントラップ部品をクリーニングします。

- クロームプレート部品またはシリカコーティング部品をクリーニングします。
- クォーツスペーサをクリーニングします。

シリカコーティング電極の場合は、酸化アルミニウムを使用しないでください。

クロームプレート部品のクリーニング

フィラメントエンドキャップ、RF 電圧リング電極、出口エンドキャップをクリーニングするには

1 600 番酸化アルミニウム水（またはグリセロール）溶液スラリーと綿棒を使用して、ステンレススチール製のイオントラップ部品からすべての汚染物質を除去します。

- 綿棒の木の端（削って尖らせたもの）を使用して、内側コーナー（エンドキャップホールなど）をクリーニングします。
- 汚染物質は黒ずんだ部分または色の付いた部分として確認できる場合がありますが、見えない場合もあります。汚染していないように見えても、各部品を完全にクリーニングしてください。
- 部品をクリーニングした後は、流水に浸し、清潔な綿棒などを使用して、最後に残った酸化アルミニウムの痕跡を除去します。

2 クリーニングした部品は、洗剤を溶かした温水を入れたビーカーにすぐに移します。スラリーが金属上で乾燥しないようにしてください。乾燥した酸化アルミニウムは除去が困難です。

3 すべての部品のクリーニングを完了したら、ビーカーを超音波クリーナーに配置して、ビーカーとその内容物を約 1 分間超音波洗浄します。

4 それぞれの部品を真水で洗浄します。

5 清潔な工具を使い、脱イオン水を入れたビーカーに浸して、ビーカーとその内容物を約 1 分間超音波洗浄します。

- その後に水が濁った場合は、脱イオン水を交換して繰り返します。

6 メタノールで部品を洗浄します。

7 部品を純粋なメタノールの入ったビーカーの中に置きます。ビーカーとその内容物を約 1 分間超音波洗浄します。

イオントラップ部品をクリーニングしたら、汚染防止のため清潔なリントフリー手袋を着用して、その後の手順を実行します。ビニール手袋は着用しないでください。

8 イオントラップ部品をビーカーから取り出して、清潔なリントフリー表面に置きます。

- 部品を自然乾燥させます。

9 それぞれの部品を点検して、すべての汚れや粒子が除去されていることを確認します。

- 汚染が見つかった場合は、上記の手順に従って再度部品をクリーニングします。

電子ゲートコンダクタ、ゲート、ウェーブワッシャスプリングなどの小部品をクリーニングするには、他の部品と一緒にメタノールを入れたビーカーに浸して、約 1 分間超音波洗浄します。

フィラメントの差込穴付近のオーブントラップを点検して、カーボンが付着していないかを確認します。カーボンが蓄積していると、感度が低下してフィラメントの寿命が短くなる場合があります。カーボンの汚れは、綿棒とメタノールのみを使用して除去します。クリーニング後は、粒子や繊維が残っていないかフィラメントの差込穴を確認します。組み立て直す前に、関連する部分をクリーニングしておく必要があります。

シリカコーティング電極のクリーニング

シリカコーティング処理されたイオントラップ電極のシリカ表面は、非常に薄い皮膜（わずか 1 µm 程度）ですが、付着力の強い耐性層です。

注意

トラップのシリカ層が除去されてしまうため、酸化アルミニウムなどの研磨剤は使用しないでください。

強力な研究用クリーナーなども使用しないでください。トラップのシリカ層が除去されてしまいます。中性洗剤（pH 6 ～ 7.5）のみを使用します。

シリカコーティング処理された電極の日常的なクリーニングでは、塩化メチレンまたはメタノールに浸したイオントラップ電極を 10 分間超音波洗浄します。トラップの表面を傷つけないよう、電極ごとに別のビーカーを使用してください。トラップの分解と組み立てのその他の手順は、MS メンテナンスセクションで説明されている手順と同じです。

重いマトリックス（汚染された）サンプルを日常的に機器で操作し、カラムが EM エンドキャップ部分でトラップに入る場所で電極がはっきりと変色するような場合は、歯ブラシと液体ハンドソープまたは食器用洗剤（pH 6 ～ 7.5）を使用して、トラップ部品をかるく磨きます。トラップを洗浄し、水に浸した状態で超音波洗浄した後、さらに 2 回塩化メチレンまたはメタノールで超音波洗浄します。

コーティング処理されたイオントラップ上では初期の炭化水素のバックグラウンドが、標準のイオントラップの場合よりも高くなります。焼き出し速度を向上させるには、イオントラップを夜間に 220 ℃で焼き出すこともできます。焼き出しモードでは、マニホールドを 120 ℃に設定します。

クォーツスペーサまたはシリカコーティングスペーサのクリーニング

シリカコーティングスペーサは、内面が光沢のある鏡のように仕上げられています。

1. 試薬用アセトンで湿らせた清潔なリントフリー布を使用して、クォーツスペーサのすべての表面を拭き取ります。
2. クォーツスペーサをアセトンに浸して 5 分間超音波洗浄します。
3. 脱イオン水を使用して、それぞれのクォーツスペーサを洗浄します。
4. クォーツスペーサをメタノールに浸して 5 分間超音波洗浄します。
5. スペーサを自然乾燥させるか、約 120 ℃に設定されたオーブンで 30 分間乾燥させます。

トラップの組み立て

トラップアセンブリを組み立てるには、次の手順を実行し、イオントラップアセンブリの図を参照します。

トラップコンポーネントの向きは重要です。すべての部品に粒子や糸くずなどが付着していないことを確認してください。

1 ゲートコンダクタをタブを下にして取り付けます。
2 ウェーブワッシャをゲートコンダクタに取り付けます。ワッシャの向きは重要ではありません。
3 平らで光沢のある表面がワッシャの方を向くようにゲートを取り付けます。
4 フィラメント（単孔）エンドキャップ電極をオーブンに取り付けます。
5 ノッチがフィラメント（単孔）エンドキャップ電極の方を向くようにクォーツスペーサの 1 つを取り付けます。
6 RF 電極を取り付けて、クォーツスペーサを取り付けます。クォーツスペーサのノッチは、出口（7 孔）エンドキャップ電極の方を向いている必要があります。

   クォーツスペーサのノッチと出口エンドキャップのノッチのアライメントを確認してください。
7 この電極のノッチが、横に「T」というラベルの付いたトラップの側面の方を向くように、出口（7 孔）エンドキャップ電極を取り付けます。
8 クランププレートをトラップオーブンアセンブリの上にあるネジの下にスライドさせます。
9 トランスファラインの穴を目視点検して、クォーツスペーサと出口エンドキャップ電極のノッチアライメントと、トラップオーブン内の中央合わせを確認します。
10 ネジを締め付けます。

トラップオーブンアセンブリを再度取り付ける

トラップオーブンアセンブリを再度取り付けるには

1 トラップアセンブリをヒーターポストとサーモウェルへゆっくりスライドさせます。エンドキャップの接点スプリングを曲げないように注意してください。

注意 アセンブリの回転角度は 2 度を超えないようにしてください。接点スプリングが損傷する可能性があります。

2 トランスファラインの穴の高さをアナライザフランジに合わせるには、クォーツスペーサと出口（7 孔）エンドキャップ電極のノッチで形成されたホールにセンターディスクのナブを挿入します。

3 アライメントツールを回転させて、フィーラーディスクがアナライザフランジに接触（またはほとんど接触）するようにします。フィーラーディスクがアナライザフランジに接触し、アライメントツールがフランジと垂直になっていると、適切なアライメントが得られます。

4 凸側が上を向くようにベルビルワッシャを取り付けます。

5 ナットを取り付けて、ベルビルワッシャが平らになるまで締め付けます。

6 フィラメントワイヤ 1、2、C をフランジフィードスルーピンに取り付けます。

EM を取り付ける

EM を取り付けるには

1 トラックに沿って EM を前へスライドさせます。

2 EM ブラケットを前へ押して、可能な限りイオントラップに近づけます。アセンブリが所定の位置にはめ込まれます。

3 高電圧およびシグナル接点がフィードスルーピンとしっかり接触していることを確認します。

アナライザアセンブリを取り付ける

1. マニホールド O リングに汚れがなく、粒子や繊維が付着していないことを確認します。
2. トランスファラインが退避または取り外されていることを確認します。
3. リリースタブ付きのアナライザを機器の後部に向けて位置合わせします。アナライザ部品がステンレススチール製のマニホールドフランジに当たったり、こすれたりしないように注意してください。
4. やや前方下向きに傾けて、すべてのケーブルとホースが妨げにならない場所に置かれていることを確認します。フロントタングをスロットにゆっくり挿入します。
5. リリースタブを広げ、そっと押し下げてアナライザの後部を下げます。
6. アナライザアセンブリは力を加えなくてもマニホールドに取り付けられます。
7. リリースタブをはめて、リリースタブがノッチに固定されるようにします。
8. 電源リボンケーブルを接続して所定位置に固定します。ケーブルがしっかり接続され、固定タブが完全にかみ合うようにします。

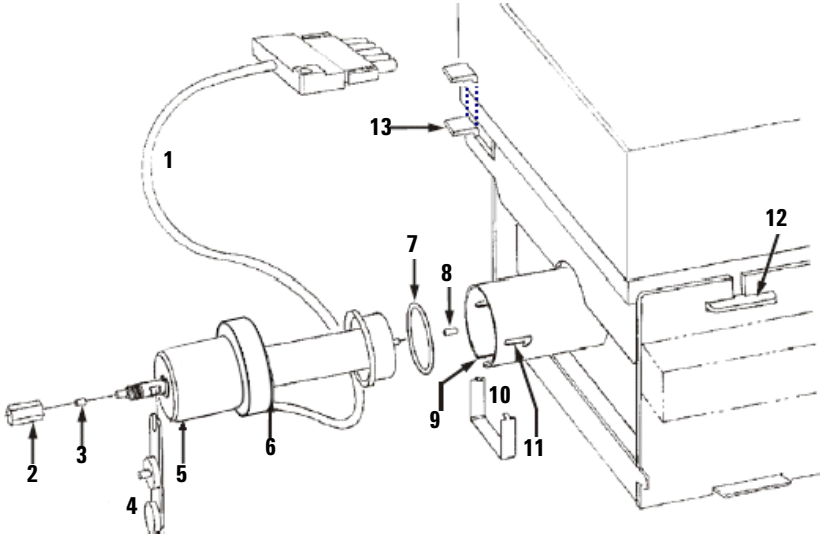
GC に対して正しい位置に MS を移動する

GC をオフにして冷却し、カラムを MS トランスファラインに取り付けた状態でこの手順を開始します。MS トランスファラインは、イオントラップのバヨネットマウントに挿入しません。

トランスファラインをマニホールドに取り付けるには

1 イオントラップの左側を GC の右側から約 12 インチ（30 cm）離した状態で、GC 加熱インターフェイスの軸と、イオントラップ内のバヨネットマウントの軸を位置合わせします。

2 O リング（7）に汚れがなく、粒子が付着していないことを確認します。



3 カラムが取り付けられた MS トランスファラインを片手で持ち、MS トランスファラインの軸と GC 加熱インターフェイスの軸が水平に揃うまで、カラムをゆっくり GC 加熱インターフェイスへ戻します。

4 加熱ケーブル（1）がシェルスロット（9）に収まるようにアセンブリの方向を調整し、トランスファラインアセンブリをトランスファラインシェルに挿入します。

5 ノーズ（5）を回転させて、ノーズホール（6）とシェル内のバヨネットマウントスロット（11）の位置が揃うようにします。

6 ノーズクリップ（10）を取り付けます。

7 ノーズを押し込み、時計方向に回転させて固定します。

8 トランスファラインヒーターケーブル（1）を、MS　上のケーブルコネクタ J63 に接続します。

9 カバーを MS に取り付けます。

10 MS を GC の方へやさしく押して、MS トランスファラインインターフェイスナットと GC 右側パネル内の GCHI ホールの軸方向が揃うようにします。MS トランスファラインが GCHI にぴったり合うまで作業を続けます。後部のニューマティックラインが損傷しないよう注意してください。

11 分析計の左側にあるバンパーによって GC の右側との完全な接触が得られると、MS が正しく連動します。

12 余分なカラムをカラムバスケットの周りに巻いて、そのカラムがオーブンの壁に接触しないことを確認します。

ベントを閉じる

ベントを閉じるには、ベントレバーを下げます。

MS をオンにする

1 MS 正面の電源スイッチがオフになっていることを確認します。

2 MS　システムカバーを外して、すべてのヒーターケーブルが接続されていることを確認します。

3 MS 電源ケーブルを建物の電源に差し込みます。

4 MS の電源スイッチをオンにします。

真空ポンプとファンが作動し始めない場合は、機器の背面パネルにある回路ブレーカが**オン**の位置になっていることを確認します。

5 コンピュータ上の［**System Control**］を開きます。

- 最近設定された機器パラメータが MS に読み込まれます。

- MS が完全に再起動するまで、ソフトウェアはシャットダウンページのままになります。

6 アナライザアセンブリを軽く押して、真空シールが正しく保持されていることを確認します。

7 MS のシステムカバーを取り付けます。

トラップの焼き出し

ソフトウェアで次の焼き出し条件を入力します。

- 時間 : 2 ～ 6 時間
- トラップ温度 : 220 ℃～ 250 ℃
- マニホールド温度 : 120 ℃。

イオントラップの動作チェック

1 焼き出しが完了したら、トラップ内の分析温度を再設定して少なくとも 2 時間待って、熱平衡状態にします。マニホールド温度は 50 ℃未満にする必要があります。

2 **［Diagnostics］**を実行します。

3 **［Auto Tune］**を実行するか、手動で MS をチューニングします。

キャリブレーション化合物バイアルの充填

キャリブレーション化合物は、ペルフルオロトリブチルアミン（PFTBA; $C_{12}F_{27}N$）です。フルオロカーボン -43（FC-43）とも呼ばれます。

キャリブレーション用ガスニードルバルブが閉じていれば、キャリブレーション用ガスバイアルをキャリブレーション化合物で充填する前に、真空システムをベントする必要はありません。キャリブレーション用ガスニードルバルブを閉じるには、バルブを時計方向に回します。

1 ニューマティックマニホールドの上にある 4 本のネジを探します。

2 プラスドライバを使用して、4 本の固定ネジをそれぞれ約 3 回転させて緩めます。

3 ニューマティックマニホールドを通過するまで、ややねじるようにしてキャリブレーション用ガスバイアルをゆっくり引き下げます。

4 バイアルが PFTBA 化合物、部品番号 392035300 によって約 1/3 まで充填されるまで、パスツールピペットでバイアルに補充します。

5 リントフリーティッシュペーパーを使って、バイアルのネック部分に残っている液体を除去します。

6 バイアルを縦に持ち、バイアルをマニホールド上のキャリブレーション用ガスポートにややねじるようにしながら慎重に押し込みます。

7 バイアルを十分押し込んだら、4 本の固定ネジを締め付けます。

8 キャリブレーション用ガスニードルバルブを反時計方向に 10 回転させて開きます。余剰なキャリブレーション用ガスと水蒸気を放出するため、ニードルバルブは約 30 分間開いたままにします。

9 コンピュータ上の**［System Control］**を開いて、**［Manual Control］**ボタンをクリックします。

10 **［Adjustments］**タブで、**［Adjust Cal Gas］**を選択します。

11 画面に表示される手順に従って、キャリブレーション用ガス圧力を調整します。

MS を移動する

1 GC と MS をシャットダウンします。
2 GC とコンピュータをオフにします。さらに、GC、MS、およびその他の電源コードを外します。
3 MS 正面のベントバルブレバーを 10 分間開きます。
4 GC 内のキャピラリカラムを監視しながら、MS をゆっくりスライドさせて GC から離します。キャピラリカラムは曲げたりねじったりしないでください。
5 アライメントツールを使用してトランスファラインが回転しないようにし、カラムをトランスファラインに接続している真ちゅうキャピラリナットを緩めます。
6 キャピラリナットと無孔フェラルでトランスファラインにキャップを付けます。
7 キャピラリカラムとナットを GC オーブンに収めて、損傷しないようにします。
8 キャリアガスをオフにし、GC フィルタに接続されているヘリウムガスラインを取り外します。
9 Swagelok プラグまたはキャップでフィルタにキャップを付けます。
10 MS を新しい場所に移動します。新しい場所が、Agilent サイト準備手順で示されている電源および環境要件を満たしていることを確認します。

3 MS メンテナンス

4
化学イオン化

はじめに　100
CI ガス試薬のインストール　101
液体 CI 試薬　108

Agilent Technologies

はじめに

CI モードは MS オプションの 1 つです。お使いのシステムにこのオプションが用意されていない場合は、CI 分析を実行できません。

化学イオン化を行うと、電子イオン化（EI）データを補完する質量スペクトルデータが得られ、複雑な化合物を分析できるようになります。標準的な CI モードでの操作の場合、CI 試薬ガスは外部ガスボンベからイオントラップアナライザに導入されます。試薬ガスは EI によってイオン化され、試薬イオンを形成します。形成された試薬イオンは、キャピラリカラムからのヘリウムキャリアガスを使用して、イオントラップに流入するサンプル分子をイオン化します。標準的な CI オプションで使用する試薬ガスの操作と調整については、このセクションの冒頭で説明します。

液体 CI インレット（LCI インレット）オプションを使用すると、特定の液体を CI 試薬のイオン源として選択できるようになります。この章では、LCI インレットの取り付けと操作の方法について説明します。

CI ガス試薬のインストール

真空排気する前の新しいガスラインには、大量の水蒸気が吸着しています。ガスラインが長いほど、吸着水の量が多く、ラインから水を排出するために必要な真空排気時間が長くなります。真空排気時間を最小限に抑えるため、ラインは可能な限り短くする必要があります。ただし、ガスラインは MS の背面に達するのに十分な長さにし、（トランスファラインとターボ分子ポンプにアクセスできるよう）MS を 9 インチ（23 cm）右側に動かせるようにしておかなければなりません。

ガスシリンダーまたはレクチャーボトルはケーブルやガスラインを損傷させるような場所に保管せず、標準的な安全慣行に従って厳重に保管してください。レクチャーボトルの先端は丸みを帯びているため、Matheson モデル 505 傾き防止スタンドなどのサポートが必要です。

CI 試薬ガス配管を取り付ける前に、以下の手順を完了しておきます。

- 機器を EI モードでチューニングする
- システム全体のリーク検査を行う

CI 試薬ガスの必要事項

ここでは、メタン、イソブタン、およびアンモニアを CI 試薬ガスとして使用する場合の必要事項について述べます。これ以外の CI 試薬ガスを使用することもできます。

感度を最大限に高め、高いスペクトルクオリティを得るには、高純度の試薬ガスを使用します。試薬ガスに不純物が混ざっていると、形成可能なサンプルイオンの数が制限され、スペクトル感度が劣化する可能性があります。また、不純物がサンプルイオンに反応して、紛らわしいスペクトルデータが生成される可能性もあります。

CI 操作で使用される試薬ガスの量は非常に少なく、一般的に 1 ～ 2 mL/minute 程度です。選択した試薬ガスに適した K サイズガスシリンダーを使用してください。

推奨ガス（メタン、イソブタン、およびアンモニア）の純度は 99.99% 以上であることが必要です。二段式圧力調整器とステンレススチール製のダイヤフラムを備え、最大注入口圧力が 15 psi（103 kPa）のガスシリンダーを使用します。アンモニアは無水アンモニアでなければなりません。

推奨ガス以外の試薬ガスを選択および使用する際にサポートが必要な場合は、Agilent カストマサポート担当者までお問い合わせください。

CI 試薬ガスの水分濃度は 1 ppm 未満でなければなりません。CI 試薬に含まれている水分は、CI の操作の妨げになる可能性があります。

メタンまたはイソブタンの場合は、銅製またはステンレススチール製のガスラインを使用します。アンモニアにはステンレススチール製ラインを使用します。ガスラインからはオイルやその他の汚染物質を完全に除去する必要があります（火炎乾燥してあることが望ましい）。可能な場合は、GC スタートアップキットに含まれているクリーニング済み銅管を使用してください。

警告 **CI 試薬ガスが含まれている状態で試薬ガスラインを火炎乾燥しないでください。**

CI 試薬ガス配管の設定

警告 **CI 試薬ガスの取り扱いには危険が伴います。試薬ガスの取り付けの際は、適切な安全保護具を使用してください。**

1 ［System Control］を開いて、［Manual Control］をクリックします。

2 EM、フィラメント、および RF の各電圧がオフになっていることを確認します。EM、フィラメント、および RF というテキストが赤または黒で表示されているはずです。

マニフォールドへの CI 試薬ガスの流量は、2 つのソレノイド操作バルブによって制御されます。バルブの開閉は、［機器コントロール］の［CI］ボタンをクリックして行います。ニードルバルブは、マニフォールドに流入する試薬ガスの量を制御します。。MS ドアの背後にあるニードルバルブは、CI GAS というラベルが付いたノブを使ってマニュアルで調節します。試薬ガスの流量を増やすには、ノブを時計回りに回します。真空システムの機能ブロック図を参照してください（18 ページの図 6）。

3 CI ガスソレノイドバルブが閉まっていることを確認します。これらのバルブが閉まっている場合、イオントラップ図の左側にある［CI Gas］アイコンは緑色で表示されません （［CI］アイコンが緑色になっている場合は、アイコンをクリックして赤または黒で表示されるようにしてください）。

4 二段式圧力調整器を試薬ガスシリンダーまたはレクチャーボトルに取り付けます。接続部をしっかり締めます。

二段式圧力調整器は、通常、2 次バルブ、圧力調整バルブ、供給圧力ゲージ、および配送圧力ゲージで構成されます。

5 メインバルブを使用してガスのオンとオフを切り替えます。圧力調整器の 2 次バルブは、ガスシリンダーから圧力調整バルブまでのガス流量を粗調整します。供給圧力ゲージはボトル内のガス圧をモニタします。圧力調整器は、MS に配送されるガスのカラムヘッド圧を設定します。

6 外径 1/8 インチガス供給ラインの一端を圧力調整器に接続します。

7 MS の背面で、CI シャットオフマニフォールドのプラグを留めている 2 本のネジを 2、3 回転させてゆるめます。

8 プラグをねじりながらまっすぐ引き出して取り外します。

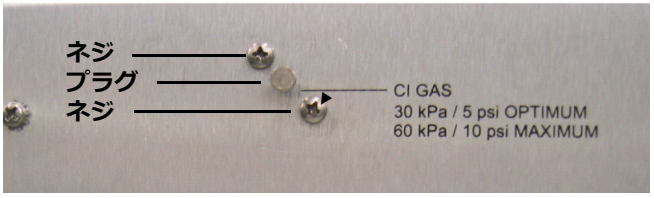


図 25　　MS 背面のプラグとネジ

9 ガスシリンダーと CI シャットオフマニフォールドの間の供給ラインには、外径 1/8 インチの配管を使用します。配管の MS 側でフェラルは必要となりません。密封部品はエラストマー O- リ。ングです。配管先端の表面加工がでこぼこしていないことを確認します。傷が付いている場合は、損傷部分を切り外すか、200 ～ 600 グリットの研磨紙で配管の密封端部を研磨してください。

10 CI シャットオフマニフォールドの穴（プラグの出口）に配管を慎重に差し込んで固定させます。配管に傷を付けないよう注意してください。

11 2 本のネジを締めます。

12 ガスシリンダー上の調整器の 2 次バルブが閉まっていることを確認します。

13 レクチャーボトルのメイン制御バルブを開きます。次に、2 次バルブを開いて、圧力調整バルブを約 5 psi (34 kPa) に調節することによって、ガスライン内の試薬ガスの流量が中程度になるようにします。

14 MS ドアを開きます。CI GAS ニードルバルブを反時計回りに 1 回転させます。

15 次のようにしてガスラインを洗浄して空気と水蒸気を取り除きます。

a 調整バルブを時計回りに回して圧力を下げます。

b ［System Control］で［Manual Control］タブダイアログの［Control and Status］フィールドにある［CI］アイコンをクリックすることで、CI ガスソレノイドバルブを開きます。バルブが開くと、［CI］ボタン緑色になります。

c CI 試薬供給ラインを約 30 分間真空排気します。

CI 試薬ガス配管のリーク検査

試薬ガスラインの接続部に空気漏れがないかどうかをチェックし、ガスライン内の水蒸気を検出するための手順は、第 5 章 トラブルシューティングのセクションに示すとおりです。

上記の手順を必要に応じて次のように修正してください。

大量の空気漏れがある場合

1 機器背面の CI GAS フィッティングと圧力調整器のフィッティングがきつく締まっていることを確認します。

2 空気 / 水のスペクトルを再確認します。

水蒸気の量が過剰にあることが 19/18 という高比率で示されている場合は、ガスラインに水が入っているか、試薬ガス配管に空気漏れがある可能性があります。

水の有無をチェックするには、次の手順に従います。

1 CI ソレノイドバルブを閉じることで、マニフォールドへの試薬ガスの流入を停止します。必要な場合は、［System Control］で［Manual Control］タブダイアログの［Control and Status］フィールドにある［CI］アイコンをクリックします。バルブが閉まっている場合、［CI］ボタンは黒または赤になり、緑色では表示されません。

2 空気 / 水のスペクトルを再確認します。質量 19（水の場合）のピークが低下している場合は、ガスラインに水が含まれています。この場合は、手順 3 に進みます。質量 19 のピークが大きく低下していない場合、ガスラインに水はほとんど含まれていません。この場合は、空気漏れがあります。第 5 章 トラブルシューティングのセクションに従って漏れの原因を改善します。以下の場所に空気漏れがないかどうかをチェックしてください。

- MS 背面の CI GAS ポート
- 試薬ガスラインと圧力調整器をつないでいるフィッティング

ガスラインを洗浄して過剰な水分を除去するには、次の手順に従います。

1 EM、フィラメント、および RF の各電圧がオフになっていることを確認します。
2 レクチャーボトルのメインバルブを開きます（圧力調整器の 2 次バルブを開いておく必要があります）。
3 CI ニードルバルブを反時計回りに 1 回転させます。
4 CI ガスソレノイドバルブを開いて、システムを約 1 時間真空排気します。
5 ガスシリンダーのメインバルブを閉じ、CI GAS ソレノイドバルブは開いたままにします。システムを約 15 分間真空排気します。
6 空気 / 水のスペクトルを再確認します。水の量が過剰ではない場合は、次の「CI 試薬流量の設定」に進んでください。

CI 試薬流量の設定

漏れの原因を改善したら、次のようにして CI 試薬ガスの供給圧力を設定します。

1 CI ガスソレノイドバルブが閉まっていることを確認します。必要な場合は、[System Control] で [Manual Control] タブダイアログの [Control and Status] フィールドにある [CI] アイコンをクリックします。バルブが閉まっている場合、[CI] ボタンは黒または赤になり、緑色では表示されません。
2 レクチャーボトルのメインバルブを開きます
3 調整器の圧力バルブを調節して、カラムヘッド圧を約 5 psi（34 kPa）に設定します。

システムを CI モードで操作する準備が整いました。

表 5 ガスの CI 試薬のデフォルトパラメータ

試薬ガス	メタン	イソブタン	アンモニア
CI storage level (m/z)	12	19	13
Ejection amplitude (v)	9	15	9
Background mass (m/z)	45	65	45
Target TIC	5000	5000	5000
Maximum ionization time (sec)	2000	2000	2000
Maximum reaction time (µ sec)	60	60	60
Prescan ion time (µ sec)	100	100	100

液体 CI を使用する場合のデフォルトパラメータは次のとおりです。

表 6 液体の CI 試薬のデフォルトパラメータ

試薬液	アセトニトリル	アセトニトリル -d3	メタノール
CI Storage level (m/z)	19	19	19
Ejection amplitude (v)	15	15	15
Background mass (m/z)	65	65	55
Target TIC	5000	5000	5000
Maximum ionization time (µ sec)	2000	2000	2000
Maximum reaction time (µ sec)	40	20	* 40
Prescan ion time (µ sec)	100	100	100

* 重水素化試薬の場合は反応時間を短くしてください。反応時間を長くすると、バックグラウンド水の H/D 交換率が高くなるため、スペクトルの［M+H］$^+$ が上昇し、［M+D］$^+$ が低下します。

標準的な CI 試薬のイオン強度

CI Adjust 機能では、CI 試薬イオンの許容ガス量について推奨値を定めています。一般的な原則は次のとおりです。

表 7　CI 試薬イオンの許容ガス量

メタン	*m/z* 17（CH_5^+）と m/z 29（$C_2H_5^+$）のピーク高さが等しくなるように試薬ガス圧を調節します。m/z 17 と m/z 16 のイオン比率が約 10:1 で、m/z 41（$C_3H_5^+$）のイオンが観測される必要があります。
イソブタン	m/z 57［$(CH_3)_3C^+$］と m/z 43［$(CH_3)_2CH^+$］のピーク高さがほぼ等しくなるように試薬ガス圧を調節します。m/z 41（$C_3H_5^+$）の試薬イオンが高く観測されることもあります。
アンモニア	m/z 18［$(NH_3)H+$］と m/z 17（NH_3^+）のピーク高さ比率が約 10:1 になるようにガス圧を調節します。
アセトニトリル	m/z 42［CH_3CNH^+］のイオンが m/z 41 の約 10 倍の高さになるように試薬ガス圧を調節します。これにより、41/42 イオン間の谷が m/z 41 イオンの半分未満の高さで最小値に達するはずです。m/z 54 イオン［CH_3CHCNH^+］は m/z 42 の 10 ～ 15% の高さで現れます。トラップ内のアセトニトリルの量が多すぎると、フィラメント初期不良の原因となります。
アセトニトリル -d3	m/z 46［CD_3CND^+］のイオンが m/z 44 の約 10 倍の高さになるように試薬ガス圧を調節します。m/z 58 イオン［CD_3CDCND^+］が m/z 46 の 10 ～ 15% の高さで現れます。
メタノール	m/z 33［$(CH_3OH)H^+$］がメインのスペクトルとなります。m/z 32 ではイオンが観測されず、m/z 31 と m/z 47 で小さなピークが認められるようになります。

イオントラップ内の試薬ガス圧は約 $1 \sim 2 \times 10^{-5}$ Torr になります。CI 試薬分子はイオントラップ内のガス圧の約 1% です。カラムから流れてくるヘリウム原子はこの圧力で 100 倍存在します。

液体 CI 試薬

液体 CI モードで操作するには、液体 CI インレットアセンブリを取り付ける必要があります。液体 CI インレットアセンブリを取り付けて、必要に応じてガス状 CI 試薬の使用に再び切り替えるには、次の手順に従います。

液体 CI インレットの取り付け

1 取り付けを開始する前に、MS をシャットダウンしてベントしておきます。トラップを分解しない場合は、トラップ電極が冷却するまで待たずに液体 CI インレットアセンブリを取り付けることができます。

2 上部カバーを取り外してから、次のようにして液体 CI インレットアセンブリを MS の背面に取り付けます。次に示す 2 つの図を参照してください。

   a MS の背面から、CI シャットオフブロックを固定している 2 本のネジのいずれか一方を取り外します。キットに同梱の長いネジ（部品番号 1222200625）を代わりに取り付け、ゆるく締めます。

   b もう一方のネジを取り外します。

   c 液体 CI リストリクタチューブ（部品番号 393002401）の出口側を MS 背面との接続部分にある L- ブラケットからゆっくりと引き抜きます。この際、チューブの反対側は液体 CI インレットブロックに接続したままにします。

   d 先ほど取り外したネジと L- ブラケットを使用して、液体 CI インレットアセンブリを MS の背面にゆるく接続します。

   e 液体 CI インレットアセンブリを回転させて残りのネジを取り外します。

   f 液体 CI インレットアセンブリを回転させて元の位置に戻して、残りの長いネジ（部品番号 1222200625）を使って液体 CI 注入口アセンブリをゆるく接続します。

   g 液体 CI リストリクタチューブを L- ブラケットから MS 背面に再び差し込みます。リストリクタチューブは、O- リングが CI シャットオフブロックに達する程度に深く挿入する必要があります。

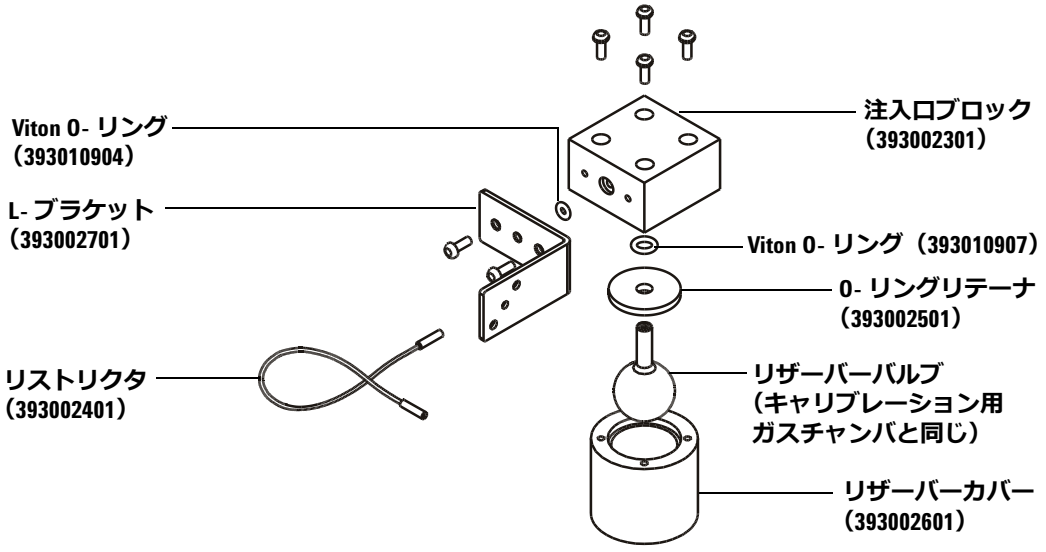


図 26　液体 CI インレット

3 長いリストリクタ（部品番号 393059701）を 1/8 インチ OD PEEK チューブ（部品番号 393003701）で交換します。

a 液体 CI インレット取り付けネジをゆるめたままにして、長いリストリクタチューブを CI シャットオフブロックから引き出します。

b ニューマティックマニフォールド（MS の前部）の上部にある 4 本のネジをゆるめます。

c 長いリストリクタチューブをニューマティックマニフォールドの下部から引き出します。MS の前面からチューブを慎重に引き出します。この長いリストリクタは、メタンなどの加圧ガスで使用するときのためにとっておいてください。

d PEEK チューブ（部品番号 393003701）を MS の前面から送り込みます（このチューブは、長いリストリクタチューブとほぼ同じスペースを必要とします）。

e PEEK チューブの先端をニューマティックマニフォールドにやさしく差し込みます。保持プレートでチューブを傷つけないように注意してください。

f ニューマティックマニフォールドの 4 本のネジはまだ締めないでください。

g PEEK チューブの反対側を CI シャットオフブロックに差し込んで、MS 背面の 2 本のネジを締めます。

4 前面のリストリクタを取り付けます。

a 既存の短いガスリストリクタ（部品番号 393059601）をニューマティックマニフォールドの下部から取り外します。

b 前面の液体 CI リストリクタ（部品番号 393059602）をニューマティックマニフォールドの同じ場所に差し込みます。保持プレートでリストリクタチューブの先端を傷つけないように注意してください。

c ニューマティックマニフォールドの 4 本のネジを締めます。

5 上部カバーを取り付けます。

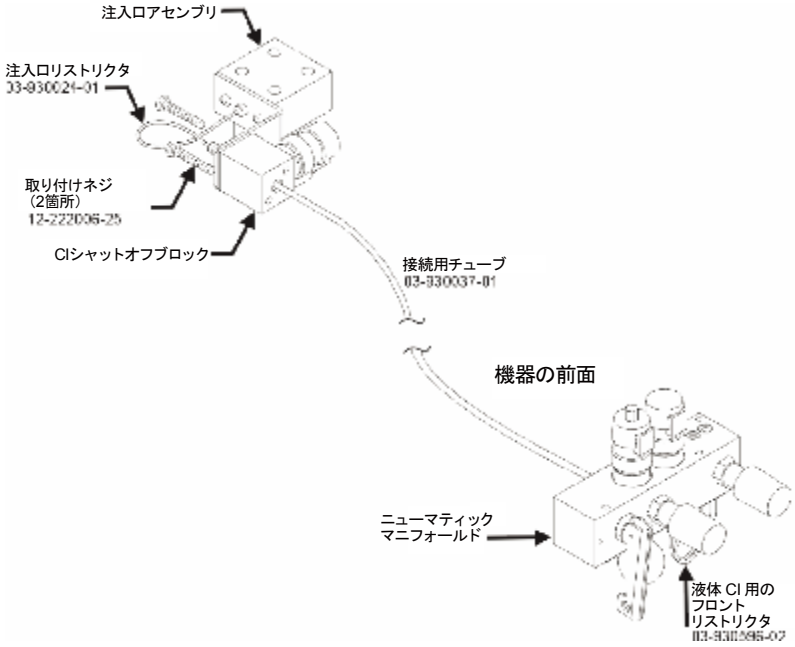


図 27　　液体 CI システム

6 システムを再起動します。

液体 CI リザーバーバルブの充填

1. CI バルブが閉まっていることを確認します。液体 CI リザーバーカバーを固定している 4 本のネジを外します。ネジはブロック内に残しておいてかまいません。
2. リザーバーカバーを取り外します。
3. バルブをやさしく引き下げて、ブロックから取り外します。O- リングと O- リングリテーナはバルブに取り付けたままでかまいません。

   溶媒を O- リングに触れさせないでください。
4. リザーバーカバーを充填用スタンドとして使用して、バルブをリザーバーカバーに差し込みます。
5. O- リングリテーナをバルブの柄にかけて、O- リングをバルブの柄に固定します。
6. ピペットまたはシリンジを使用してバルブの半分まで液体 CI 試薬を充填します。これには、約 3 mL の試薬が必要となります。
7. バルブ、リテーナ、および O- リングを使用してリザーバーカバーを拾い上げて、バルブの柄をブロックに差し込みます。
8. 4 本のネジをカバーに取り付けられるようにカバーの向きを定めます。4 本のネジを締めます。プラスチック製カバーのネジ山をすり減らさないように注意してください。

液体 CI を取り付けた後でリザーバーバルブを補充する際は、CI バルブを最初に開く操作を慎重に行う必要があります。[Instrument] ページを使用して CI バルブを開いてから約 2、3 分間は、フィラメントまたは EM をオンにしないでください。

リザーバー内の液体 CI の保管

液体 CI 試薬のリザーバーが機器に取り付けられていない場合は、同梱された黄色のポリプロピレン製キャップを使用します。

注意 ガラス製リザーバーの柄にキャップを無理に取り付けたりしないでください。リザーバーが割れる可能性があります。

警告　**充填したリザーバーからキャップを取り外す際は特に、保護メガネと安全手袋を着用してください。**

- プラスチック製キャップをリザーバーの柄に取り付けるには、やさしくねじりながら押すようにします。
- プラスチック製キャップをリザーバーの柄から取り外すには、やさしくねじりながら引くようにします。

警告　**バルブの頸状部などに液体をこぼさないように注意してください。**

液体 CI 試薬流量の設定

1. 選択した液体が含まれている液体試薬リザーバーを液体試薬注入口ブロックに接続します。
2. CI ニードルバルブを開いて、反時計回りに 6、7 回転させます。
3. ［Manual Control］ページの［CI］ボタンをクリックして CI ソレノイドを開き、リザーバーからの蒸気流量を平衡化させます。数分待っても十分な量の CI ガスがトラップに流入していない場合は、ニードルバルブを時計回りに回して流量を増やします。
4. ［Adjust CI Gas］を使用してスペクトルを測定する場合は、M と M+1 の間の分解能が低下し始めるまで、CI ニードルバルブを回すことでトラップに流入する試薬の量を調整します。アセトニトリルを使った場合に最良の結果を得るには、フィラメントのエミッション電流を 20 µA 以上にして、m/z 41 と m/z 42 の間の谷を 50% 以上に保ちます。m/z 41 ピークの最高点をクリックしてディスプレイの上部にドラッグすると、谷の値を簡単に調べることができます。正しく調整されたアセトニトリルスペクトルとメタノールスペクトルについては、それぞれ次の図を参照してください。

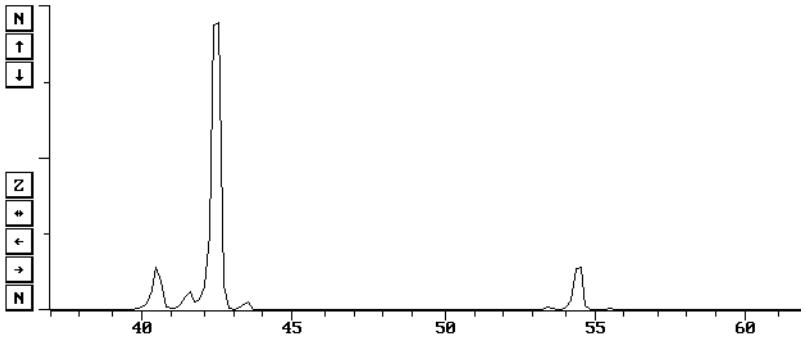


図 28 正しく調整されたアセトニトリル試薬のスペクトル

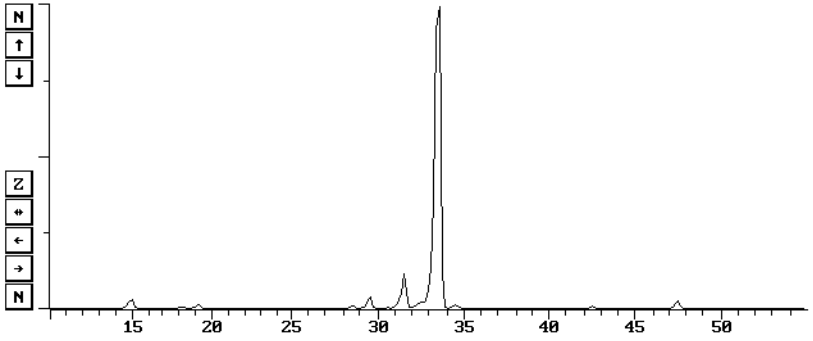


図 29 正しく調整されたメタノール試薬のスペクトル

ガス CI 試薬への切り替え

液体 CI インレットから加圧 CI ガス（メタンなど）に再び切り替える場合は、液体 CI インレットアセンブリを取り外さずに CI ガスラインを元どおりに取り付けることができます。

1 液体 CI インレットの L- ブラケットを機器の背面に接続している 2 本のネジをゆるめます。また、L- ブラケットを液体 CI インレットブロックに接続している 2 本のネジもゆるめます。

2 液体 CI リストリクタを回転させてじゃまにならないようにし、機器の背面に差し込まれているリストリクタの先端を取り外します。

3 L- ブラケットを使用して、ガス配管と CI シャットオフブロックの間に長い CI ガスリストリクタ（部品番号 393059701）を取り付けます。

4 すべてのネジを締めます。

5 前面の液体 CI リストリクタ（部品番号 393059602）を短いガスリストリクタ（部品番号 393059601）で交換する必要はありません。

6 配管のガス圧力を 5 psi (34 kPa) まで下げて、通常のガス CI 操作状態に戻します。

5 トラブルシューティング

問題の切り分け 118
スペクトルの問題の解決 120
スペクトルの一部が見つからない 125
空気・水が正常レベルにおいて分解能が得られない場合 126
高質量での高いベースライン 128
キャリブレーションイオンを特定した後にトラップ キャリブレーションに失敗する 129
リークの確認 130
高レベルの水の除去 138
リーク検出ガスの使用 139
大量のエアリークの修復 141
少量から中程度のエアリークの修理 142
GC のトラブルシューティング 143
COLTEST サンプルの分析 144

問題の切り分け

システムを次の順序で確認します。

1 データシステム

2 GC

3 MS

データシステムの確認

関連するソフトウェアのトラブルシューティング手順については、ソフトウェアのリリースノートを参照してください。

GC の確認

テストサンプルを分析して、キャリアガス供給、クロマトグラフ特性、サンプルに関連する問題などの動作および性能ファクタを確認します。

最も多く分析に使用されているテストサンプルは COLTEST 混合物です。このマルチ成分混合物は、注入口とカラムの問題をトラブルシューティングするのに適しています。「COLTEST サンプルの分析 ページ 144」を参照してください。GC の安全に関連する問題と、GC の問題解決に関する情報については GC のマニュアルを参照してください。

GC の問題の原因を特定しやすくするには、GC キーパッドの **[Logs]** キーを押して、イベントまたはランログを表示します。GC ランログのライトはエラーの発生を示すことがあります。

MS の確認

データシステムと GC が正常に動作している場合は、MS または MS とデータシステム間の通信チャンネルが問題の原因になっていることが考えられます。イオントラップの一般的な問題として、レスポンスなし（スペクトルが出ない）、低レスポンス、低分解能、マスずれなどがあります。

次の 2 つの手順によって、MS に関連する問題を切り分けます。

- オートチューンは、システム性能に関する情報を提供します。
- 診断プログラムでは、ハードウェアをテストして、単純なイオントラップの問題を簡単に切り分けできます。たとえば、空気漏れ、フィラメントの焼きつき、高い汚染レベルなどを特定します。

問題の修正後に診断に失敗した場合は、［Reset］ボタンをクリックしてからさらにテストを行います。

イオントラップの問題を切り分けるために GC と MS を切り離すことが必要になる場合があります。そのような場合は、カラムを注入口から外してその終端部をセプタムで塞ぎます。この方法により空気の流入をできるだけ少なくします。カラムとトランスファラインを周囲温度に維持して、液相の劣化を防ぎます。この手順を完了するために MS 真空システムをベントする必要はありません。

MS の問題をさらに切り分けるには、システムをシャットダウンし、無孔フェラルでトランスファラインにキャップを付けて、カラムをイオントラップから取り外します。

スペクトルの問題の解決

スペクトルが出ない

トラブルシューティングを行う前に、MS を 2 時間以上焼き出しします。

［Instrument Control］ページのイオントラップアイコンをクリックしたときにスペクトルが表示されない場合は、質量範囲に関係なく次を行います。

1 Diagnostics を実行して、ハードウェアの問題を検出します。

これを行ってハードウェアの問題を解決しても、スペクトルがまだ見つからない場合は、次の手順に進みます。これらの手順は、空気 / 水またはキャリブレーション用ガスのピークが見つからない場合に適用します。

2 以下の点を調べます。

- メソッドセグメントが FIL/MUL Delay で、イオン化が EI（AUTO または FIXED）モードになっている。FIL/MUL Delay 中にトラップアイコンが赤になっている。
- フィラメントが切れている。
- ターボ分子ポンプが停止している。
- RF 調整が必要である。
- 機器パラメータが不適切である。
- トラップが正しく組み立てられていない。
- 電子機器に問題がある。
- システムが焼き出しを完了していない。

ショートしているフィラメントの確認

診断によって、1 本のフィラメントまたは両方のフィラメントが切れているかどうかを判定します。

1 1 本のフィラメントが切れている場合

a **［System Control］**を開いて、**［Set Points］**をクリックします。

b **［Filament Selection］**で、他のフィラメントを選択します。

2 両方のフィラメントが切れている場合
   a 機器をシャットダウンします。
   b イオントラップアセンブリをマニホールドから取り外して、フィラメントの導通とワイヤの接続を確認します。
   c 必要に応じて、フィラメントを交換します。

ターボ分子ポンプの確認

真空診断テストによって、ターボ分子ポンプ速度の読み取り値が 100 ± 2% 以上かどうかを判定します。

ポンプ速度の読み取り値が 100 ± 2% 以上になるようにします。そうなっていない場合は、冷却ファンが正しく動作するかどうかを点検します。

RF 調整の確認

RF 調整が必要かどうかを確認するには（特にイオントラップ温度を変更した後）

1 **［System Control］**を開いて、**［Manual Control］**ボタンをクリックします。
2 **［Adjustments］**タブをクリックして、**［Adjust RF Tuning］**をクリックします。
3 RF チューニングネジを回して、RF ランプを調整します。
4 最高値が最小化されるまで RF ランプを調整します。
5 **[Save Results]**をクリックします。

メソッドパラメータの確認

1 **［System Control］**を開いて、**［Auto Tune］**をクリックします。
2 **［Electron Multiplier Tune］**を選択して、**［Start Auto Tune］**をクリックします。
3 **［Air/Water Check］**を選択して、**［Start Auto Tune］**をクリックします。
   - 空気または水（またはその両方）のレベルが範囲外の場合は、［空気 / 水漏れ］セクションに移動します。
   - スペクトルが存在する場合は、メソッドエディタに移動して次の点を確認します。
   - EI イオン化モードを指定している。
   - Ionization Storage Level が、スキャン範囲で選択したイオンのトラップに有効である。

4 適切なレベルかどうかが不確かな場合は、それぞれのセクションで［**Defaults**］ボタンをクリックして、パラメータをリセットします。

   a メソッドファイルをデフォルトとして保存します。

   b デフォルトファイルをアクティブにして、トラップおよびキャリブレーション用ガスをオンにします。キャリブレーション用ガスのスペクトルがあるかどうかを確認します。

5 スペクトルが戻る場合は、どのパラメータが問題の原因になっているかをメモします。スペクトルが存在せずトラップを最近分解している場合は、トラップを確認します。

トラップアセンブリの確認

オーブンコンポーネントの取り付けを確認するには

1 ［**Axial Modulation**］のリードバックを、［**Waveform System**］ボックスで確認します。

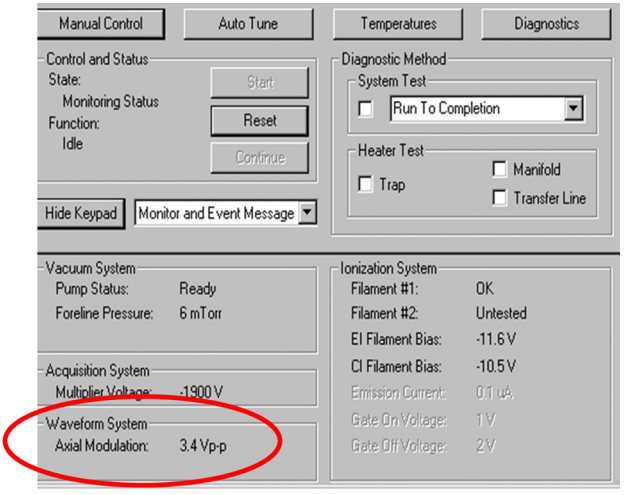


図 30 Axial Modulation のリードバック

2 Axial Modulation のリードバックがゼロに近い場合は、トラップオーブンに傷がついているか、いずれかのエンドキャップがショートしている可能性があります。システムをシャットダウンし、トラップオーブンを取り外して、デジタルマルチメータで電極と接地間の導通を確認します。クランププレートを固定しているネジを接地として使用します。電子機器アセンブリからトラップを取り外さずにこのテストが完了する場合は、接地との導通があります。

3 EM に問題があるかどうかを確認するには

a ［Monitor States］で、［Multiplier］を選択します。

b **［Acquisition System］**で、EM 電圧が**［Auto Tune］**セクションの**［SetPoints］**タブに表示される値と同じかその値に近いことを確認します。

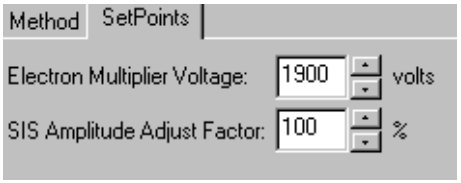


図 31　EM 電圧を確認する

c 診断で測定された EM 電圧がわずか数ボルトの場合は、EM が接地との間でショートしています。システムをシャットダウンして EM を交換するか、Agilent カストマサポート担当者にお問い合わせください。

電子機器の確認

1 **［Manual Control］**で、**［Diagnostics］**をクリックします。

2 **［Run Tests to Completion］**をクリックして、問題の原因を切り分けます。どのテストが失敗するかをメモします。これらのテストを実行しても問題の原因が見つからない場合は、Agilent カストマサポート担当者にお問い合わせください。

高質量スペクトルピークの消失

高質量スペクトルピークは、次の原因で失われる可能性があります。

- RF ランプを調整する必要がある。
- 低質量イオンが多すぎる（空気や水の漏れなど）。
- Ionization Storage Level が不適切である（設定が低すぎるなど）。
- 高いトラップ温度の影響で、高質量のキャリブレーション用ガスピークが失われている可能性がある。

トラブルシューティングを行う前に、MS を 2 時間以上焼き出しします。

それでも問題が解決されない場合は、次の手順を実行します。

1 **［Auto Tune］**セクションで、空気漏れがないかを確認します。

2 RF ランプ調整を確認します。

3 トラップ温度を 150 ℃に下げます。

4 **Method Builder** に移動し、メソッドに EI AGC（Automatic Gain Control）イオン化モードと、その他のパラメータのデフォルト値が含まれていることを確認します。

これらのテストを実行しても問題の原因を切り分けできない場合は、Agilent カストマサポート担当者にお問い合わせください。

スペクトルの一部が見つからない

システムコントロールで高質量または低質量イオンが見つからず、スペクトルのミッドレンジのイオンが正常に検出される場合は、以下の点を調べます。

- 特にイオントラップ温度を変更した直後は、RF 調整が必要になる場合があります。
- イオン化 RF レベルが、スキャン範囲に適合していない可能性があります。
- すべてのキャリブレーション用ガスイオンを見つけるには、トラップ温度が高すぎる可能性があります。トラップオーブン温度を 150 ℃に下げて、熱平衡状態になるまで 2 時間待ちます。

RF 調整の確認

RF ランプ調整が必要かどうかを確認するには

1 **［System Control］**を開いて、**［Manual Control］**ボタンをクリックします。

2 **［Adjustments］**タブをクリックして、**［Adjust RF Tuning］**をクリックします。

3 フロントパネル上の RF チューニングネジを回して、RF ランプを調整します。最高読み取り値をできるだけ小さくするように調整します。

RF ストレージレベルの確認

RF ストレージレベルがスキャン範囲に適合していないかどうかを確認するには

1 **Method Builder** を開きます。

2 EI-AGC セグメントを選択して、**［Ionization Mode］**をクリックします。Ionization Storage Level をメモします。値が質量範囲に適合しているかどうかを確認します。

トラップ温度の確認

トラップ温度が高すぎる場合は、質量数 614 のピークの高さを下げることもできますが、質量数 502 のピークが完全に失われる可能性があります（200 ℃ 超）。トラップオーブン温度を 150 ℃ に下げて、熱平衡状態になるまで 2 時間待ちます。

これらのテストを実行してもまだ問題の原因を切り分けできない場合は、Agilent カストマサポート担当者にお問い合わせください。

空気・水が正常レベルにおいて分解能が得られない場合

ピークの幅が予想よりも大きい場合は、次の点を調べます。

- トラップ内のイオンが多すぎる（汚染、高レベルのカラムブリードなど）。
- Axial Modulation の値が高すぎるか低すぎる。
- Axial Modulation が正しく機能していない。

注意 トラブルシューティングを行う前に、MS を 2 時間以上焼き出しします。

トラップ内のイオン量の確認

トラップをオンにした状態で、TIC（トータルイオン電流）値をメモします。フルスキャンモードで TIC 値が 20,000 カウントを超えている場合、または MS/MS で数千カウントになっている場合は、トラップされているイオンの数を減らします。

トラップ内のイオンの数を減らすには、次の 1 つ以上の手順を実行します。

1. EM が 10^5 のゲイン用に設定されていることを確認します。**Method Builder** で、［Multiplier Offset］が 0 に等しくなっていることを確認します。
2. トラップフィラメント電流またはイオンタイム設定（またはその両方）の値を下げます（AGC OFF の場合）。
3. AGC ターゲット値を 10,000 に下げます（AGC ON の場合）。

アキシャルモジュレーション設定の確認

アキシャルモジュレーション設定を確認するには、次の手順を実行します。

1 **[Manual Control]** で、**[SetPoints]** をクリックします。アキシャルモジュレーションが 2.5 ～ 5 ボルトに設定されていることを確認します。アキシャルモジュレーションを調整する場合は、複数のキャリブレーション用ガスイオンで分解能を確認します（たとえば、m/z = 131 および 414）。

2 アキシャルモジュレーションが正しく動作しているかどうかを確認するには、次の手順を実行します。

   a **[System Control]** を開いて、トラップおよびキャリブレーション用ガスをオンにします。m/z 131 の近くをクリックして、m/z 131 の周囲で質量範囲を ± 5 拡大します。

   b **[SetPoints]** をクリックし、**[Axial Modulation]** を数ボルトの範囲で変更します。**[Apply]** をクリックします。質量数 131 のシフトを確認します。

   c アキシャルモジュレーションを初期値に戻します。

3 **[System Control]** の **[Diagnostics]** ボタンをクリックして、**[Run Tests to Completion]** を選択します。アキシャルモジュレーションが正しく動作していることを確認します。

4 アキシャルモジュレーションのリードバックが設定値の 20% 以内になっていることを確認します。アキシャルモジュレーションのリードバックが範囲外の場合は、トラップオーブンの取り付け不良によりエンドキャップがショートしている可能性があります。

5 オーブンが正しく組み立てられていてもアキシャルモジュレーションが範囲外になる場合は、Agilent カストマサポート担当者にお問い合わせください。

高質量での高いベースライン

Instrument ページ上でベースラインが質量数 400～650 の範囲で急上昇するのが観測される場合は、電極表面に粒子が付着していないか調べます。

トラップの電極表面に粒子が付着していないかを確認するには

1 質量範囲 400 ～ 650 に対応する EI/AGC ON のメソッドを開発します。**[System Control]** を開いて、このメソッドをアクティブにします。

2 RF と EM をオンにします（フィラメントはオフ）。

3 スペクトルを調べて、ベースラインが高質量部分で急上昇しているかを確認します。

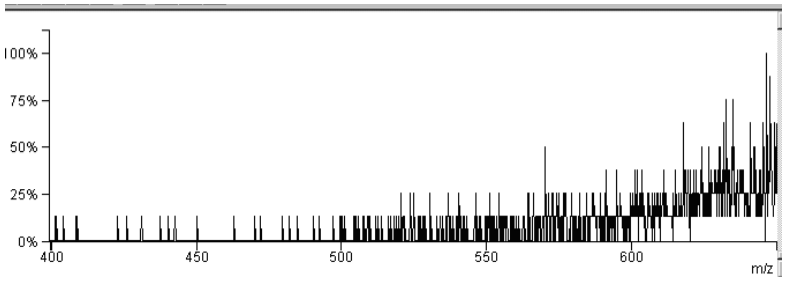


図 32 高ベースライン

ベースラインが上昇している場合は、MS をシャットダウンして、リントフリー布で電極表面を丁寧にクリーニングします。

キャリブレーションイオンを特定した後にトラップキャリブレーションに失敗する

キャリブレーションイオンを正しく特定した後に、Trap Function Calibration に失敗する場合は、次の点を確認します。

- EM 電圧が低すぎる。
- キャリブレーション用ガス圧が低すぎる。

EM 電圧の確認

1 **［System Control］**を開きます。
2 **［Auto Tune］**を選択して、**［Electron Multiplier Tune］**をクリックします。
3 **［Start Auto Tune］**をクリックします。

キャリブレーション用化合物のガス圧の確認

1 **［System Control］**を開きます。
2 **［Manual Control］**を選択して、［Adjustments］タブをクリックします。
3 **［Adjust Cal Gas］**をクリックして、キャリブレーション用ガス圧をスケール上の中～高レベルの値に設定します。

リークの確認

マススペクトロメトリーでは、システムのリークを可能な限り防止することが重要な課題になります。エアリークは、感度低下、チューニングの問題、分解能低下の原因になる可能性があります。エアリークがあると、キャピラリカラム、フィラメント、EM の寿命が短くなる場合があります。サンプルを分析する前に、空気や水のリークがないかシステムを毎日確認してください。

スペクトル内の空気および水のバックグラウンドの例に注意してください。これらの例を把握しておくと、システムの迅速なトラブルシューティングに役立ちます。

リーク確認の設定

1 GC 上のキャリアガス圧が正しく設定されていることを確認します。30 m × 0.25 mm の DB-5 フューズドシリカキャピラリカラムでは、キャリアガス圧が約 10 ～ 12 psi（69 ～ 83 kPa）に維持されている必要があります。

2 トラップ温度を次のように設定します。
- トラップヒーター温度は 150 ℃。
- トランスファライン温度は 270 ℃。
- マニホールド温度は 35 ℃。

3 カラムオーブンと注入口の温度を 100 ℃ に設定します。

注意

多くの場合は、重大なエアリークが発生するとシューという音が聞こえます。このようなエアリークの原因として、極端なフィッティングの緩み、O リングの不十分な固定、開いたバルブなどが考えられます。重大なエアリークの疑いがある場合は、EM、RF 電圧またはフィラメントをオンにしないでください。[Diagnostics] セ。クションを使用して、ターボ分子ポンプが 100% の速度で動作していることを確認します。そうなっていない場合は、重大なエアリークが発生しています。

4 **[System Control]** を開いて、**[Auto Tune]** ボタンをクリックします。

5 **[Air/Water Check]** を選択します。

6 **[Start Auto Tune]** をクリックします。

7 空気 / 水のスペクトルを次の図と比較します。

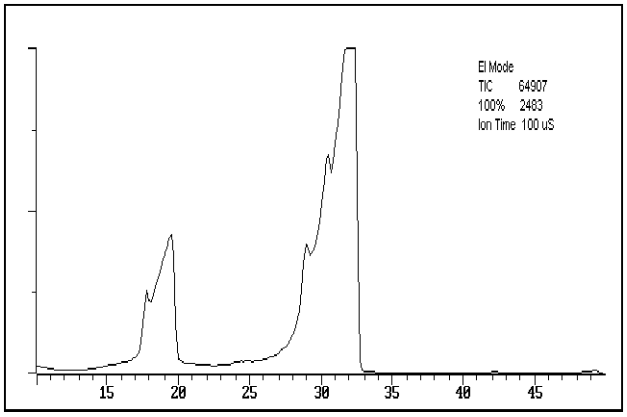


図 33　　著しいエアリークのある機器の空気 / 水スペクトル

- 質量数 32（O_2^+）、28（N_2^+）、18（H_2O^+）のピークの幅が非常に広いか特定しにくい場合は、システムに大量の空気漏れが発生しています。すぐに［Air/Water Check］をオフにします。

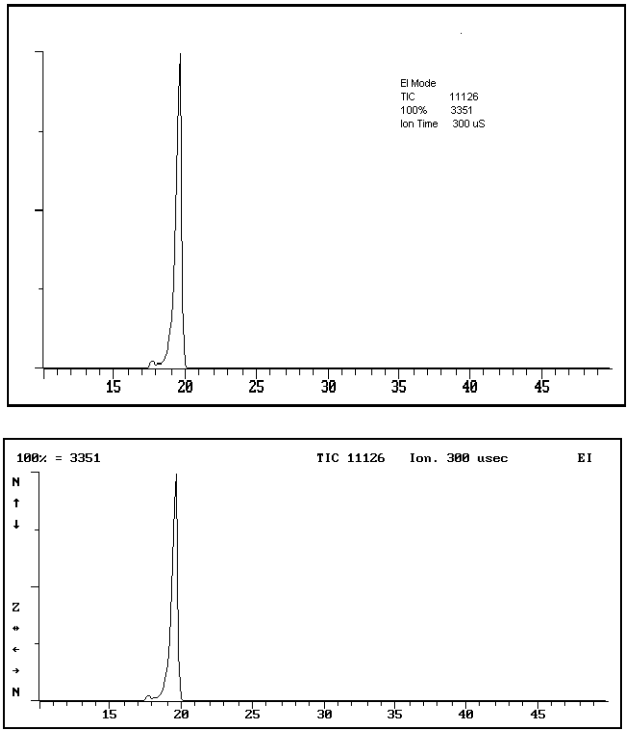


図 34 水蒸気のバックグラウンドレベルが非常に高いシステムの空気 / 水スペクトル

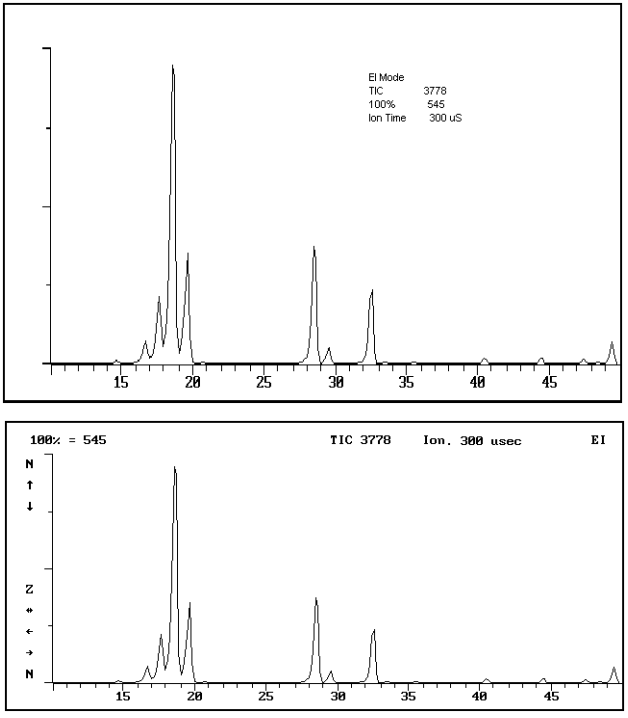


図 35　水蒸気が非常に多くエアリークが比較的少ないシステムの空気 / 水スペクトル

- 質量数 18（H_2O^+）と質量数 19（H_3O^+）のピークの高さの比が約 10:1 の場合、システムにはほとんど水蒸気がありません。
- 質量数 18 と質量数 19 のピークの高さの比が 10:1 未満でも、5:1 を超える場合は、追加の焼き出しが必要になることがあります。水蒸気を除去しないと、最適な感度と性能が損なわれる可能性があります。
- 質量数 18 と質量数 19 のピークの高さの比が 10:1 未満の場合は、システムに過剰な水蒸気が含まれています。

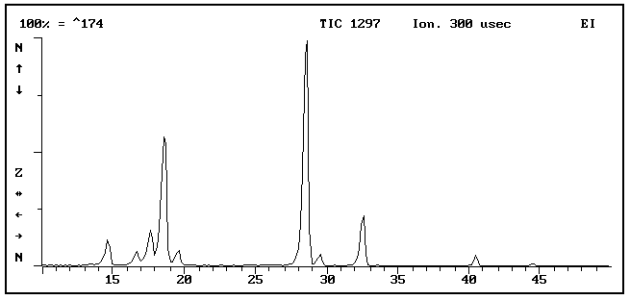


図 36 著しいエアリークがなく、水蒸気がほとんどないシステムの空気 / 水スペクトル

このスペクトルの特徴は次のとおりです。

- 質量数 18（H_2O^+）のピークは基準（最高）ピークになる可能性があります。これは水蒸気のレベルによって決定されます。
- 質量数 18（H_2O^+）と質量数 19（H_3O^+）のピークの高さの比は 10:1 以上です。
- 100% カウント値は 500 よりも著しく低くなっています。
- 質量数 28 と質量数 32 (O_2^+）のピークの高さの比は約 4:1 です。

8 エアリークまたは過剰な水蒸気がない場合は、次の近似値が得られるはずです。これらの値はシステムによって異なることに注意してください。

100% 値	TIC	18:28 の比率	19:18 の比率	28 の幅
< 100	< 1000	~ 1:1	10 ～ 15%	< 1m/z

9 エアリークがある場合に測定されたスペクトルは次のとおりです。

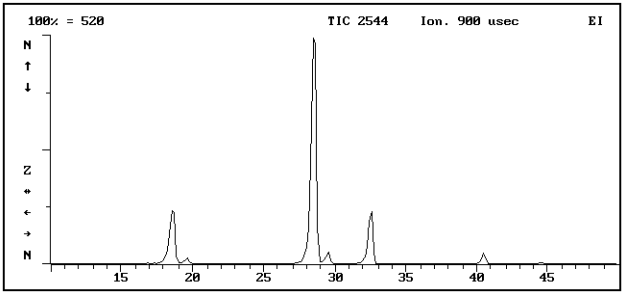


図 37　エアリークが少なく、水蒸気がほとんどないシステムの空気 / 水スペクトル

このスペクトルの特徴は次のとおりです。

- 質量数 28 のピークの高さは、質量数 18 のピーク高さを著しく上回っています。
- 質量数 28 と質量数 32 のピークの高さの比は 4:1 を超えています。
- 100% スケールカウント値は 500 よりも大きくなっています。
- 質量数 18 と質量数 19 のピークの高さの比は 10:1 以上です。

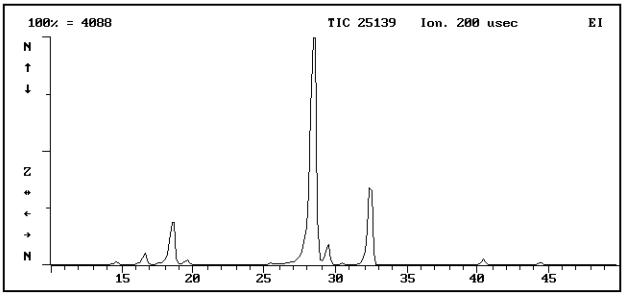


図 38 中程度のエアリークがあり、水蒸気がほとんどないシステムの空気 / 水スペクトル

このスペクトルの特徴は次のとおりです。

- 28 でのピークは過負荷になり始めています。
- 100% カウント値は数千カウントになる可能性があります。
- 質量数 18 のピークの高さは、質量数 19 のピーク高さを上回っています。

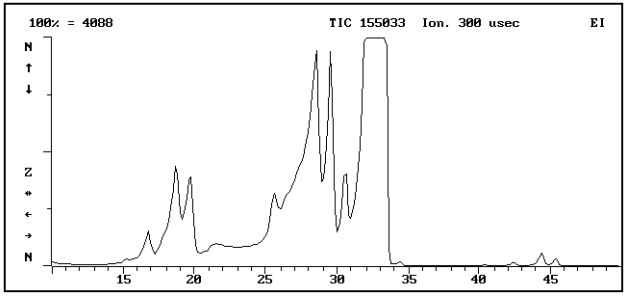


図 39　大量のエアリークがあり、水蒸気がほとんどないシステムの空気 / 水スペクトル

このスペクトルの特徴は次のとおりです。

- 質量数 32 のピークは基準（最高）ピークです。
- 質量数 18、19、28 のピークは幅が広くなっています。リークが大きくなると、すべてのピークの幅が広くなり、結果的に特定しにくくなります。

高レベルの水の除去

水のレベルが過剰になる原因は次のとおりです。

- 十分長く真空排気できていない（システムをベントした場合は、少なくとも 2 時間）。
- イオントラップをクリーニングしたときに水蒸気が浸入した。
- キャピラリカラムをクリーニングしたときに水蒸気が浸入した。
- キャリアガスタンク内の水蒸気。
- 大気。多くの場合は、高い相対湿度が原因です。

高レベルの水のバックグラウンドは、システムをベントした後（特にトラップのクリーニング後）に検出される場合があります。水蒸気を真空システム内の表面から脱離させたり、水のレベルを安定したレベルに低下させたりするには、数時間の焼き出しを行う必要があります。質量数 18 と 19 のピークが同じ高さの場合は（または空気 / 水の確認が NO を示している場合）、MS を動作させないでください。システムの焼き出しを十分に行っても（たとえば、夜間）、システム内でまだ水蒸気が検出される場合は、キャリアガスタンクが汚染されているか、エアリークが発生している可能性があります。

GC 上のフィルタが飽和状態になっていると、空気 / 水のバックグラウンドが増大する場合があります。定期的にフィルタを交換するか、または GC 内の水分などのバックグラウンド汚染が問題になった場合にフィルタを交換します。

リーク検出ガスの使用

フレオンやアルゴンなどのリーク検出ガスを使用して、リークを探します。

- トランスファラインでのリーク（高真空側）はすぐにレスポンスが表れます。
- リークが GC 注入口から発生している場合は、レスポンスが表れるまでに 90 秒程度かかります（ガスの分子がキャピラリカラムを通り抜けるまでにその程度の時間がかかります）。

リークが注入口で発生している場合は、システムをベントする必要はありません。すべての GC ゾーンが冷却されるまで待機してから開始します。リークがトランスファラインの接続部から発生している場合は、システムをシャットダウンしてベントしてから対応します。

アルゴンリーク検出ガスを使用する場合は、質量範囲を 35 ～ 50 に設定します。フレオンリーク検出ガスを使用する場合は、質量範囲を 80～110 に設定します。

リーク検出ガスとしてアルゴンガスを使用し、リークをトラブルシューティングします。対象になるアルゴンの質量ピークは 40 です。

フィラメントまたは EM が損傷するリスクを軽減するため、次のパラメータを使用してメソッドファイルを開発します。

1 EM を 10^5 の電圧より 100V 下げて設定します。

2 AGC をオフにして、イオンタイムを 100µsec に設定します。

3 フィラメントのエミッション電流を 10µA に設定します。

4 スキャン範囲を m/z 35 ～ 50（または 80 ～ 110）に設定します。

5 **［System Control］**を開き、トラブルシューティング用のアルゴンメソッドをアクティブにして、トラップをオンにします。

アルゴンをフィッティングの周囲にみだりに吹き付けないください。アルゴンは、実際のリーク部分を見つける目的でテストしているフィッティングから急速に拡散するため、他の部分のリークをテストしているフィッティングをリークの原因として誤解する可能性があります。

リークがないか確認するには

- アナライザに近接したトランスファラインにアルゴンをごく少量吹き付けます。
- モニタを調べてレスポンスを待ちます。質量数 40 のピークが表示されない場合、リークはありません。
- 質量数 40 のピークが表示される場合は、リークがあります。トランスファラインの O リングの表面に粒子が付着している可能性があります。システムをシャットダウンして、O リングを確認します。

次のガスケットおよびフィッティングにリークがないか確認します。次の順序に従って 1 回に 1 つずつ行います。必要に応じて、フィッティングまたはフランジ（またはその両方）を締め付けます。数秒間隔でアルゴンを吹きつけます。

1 ニューマティックマニホールド上のキャリブレーション用ガスチューブフィッティング
2 マニホールド上のベントバルブフィッティング
3 上部真空マニホールドフランジ

大量のエアリークの修復

一般には次の原因によって大量のエアリークが発生します。

- マニホールドフランジの O リングシール上の糸くずまたは損傷
- トランスファラインの O リングシール上の糸くずまたは損傷
- トランスファラインの真ちゅうナット
- ターボ分子ポンプとマニホールド間の O リングシール
- 所定の位置に固定されていないアナライザのリリースタブ

トランスファライン上の真ちゅうナットの締め付けが不十分な場合は、ナットを確実に締め付けます。ただし、フィッティングを締め付けすぎないように注意してください。締め付けすぎると、さらに大量のリークが発生する可能性もあります。その後、システムを再チェックします。

リークを除去できない場合は、システムをベントし、粒子が付着していないかマニホールドとトランスファライン上の O リングを確認します。リントフリーペーパーで O リングを拭きます。

ターボ / マニホールドインタフェース部分にリークがあるかその部分のシールが不十分だと、ターボ分子ポンプはその 100% の速度に達しない可能性があります。そのような条件下ではシステムを動作させないでください。

少量から中程度のエアリークの修理

少量から中程度のエアリークは、大量のリークに比べて発見と修理が難しい場合があります。少量から中程度のエアリークに関連する症状は次のとおりです。

- 質量数 28 のピークが増大し、質量数 18 のピークよりも著しく大きくなる。
- エアリークによって、特に高湿度環境などで水のバックグラウンドが大きくなる。含まれている水蒸気が増えると、それに伴って 19:18 の質量比が 20% 以上に大きくなります。

GC 接続の確認

リークのトラブルシューティングの詳細については、「GC メンテナンス」セクションを確認してください。

キャピラリカラムと注入口またはトランスファライン間の接続部分のリークを特定して修理するには、次の手順を実行します。

- フェラルのサイズが適切かどうかを確認します。たとえば、0.25-mm id カラムには 0.4 mm、0.32 mm id カラムには 0.5 mm のサイズのフェラルが必要です。
- トランスファライン上のフェラルがグラファイト /Vespel 混合フェラルであることを確認します。トランスファラインの接続部分のリークは、ほとんどの場合トランスファラインの O リングの周囲などの高真空側で発生します。
  - グラファイト /Vespel 混合フェラル : それぞれのフェラルを通常の手締めよりも半回転多く回して締め付けます。
  - グラファイトフェラル : それぞれのフェラルを通常の手締めよりも 3/4 回転多く回して締め付けます。
  - セプタムでのリークは、セプタムナットの緩みまたはセプタムの磨耗が原因で発生する場合があります。日常的な GC 予防メンテナンスプログラムの一環として新しいセプタムを挿入します。セプタム材料からシステムおよびバックグラウンドへの空気の流入レベルを軽減するには、高品質の低ブリードセプタムを使用します。

- GC ニューマティック内のエアリークは、検出と除去が最も難しいリークです。これは、検出ガスがこの目的に特に有効でないためです。すべてのフィッティングを締め付けてから、メタノールなどの溶媒を使用して漏れがないか確認します。
- GC 上のフィルタが飽和状態になっていると、空気 / 水のバックグラウンドが増大する場合があります。定期的にフィルタを交換するか、または GC 内の水分などのその他のバックグラウンド成分が問題になった場合にフィルタを交換します。

GC のトラブルシューティング

このセクションで説明していない GC トラブルシューティングと診断の手順については、『GC オペレータマニュアル』を参照してください。

このセクションでは、クロマトグラフのトラブルシューティングについて説明します。COLTEST 混合物（部品番号 392027300）を分析することで、このセクションで扱われているほとんどの問題を確認できるようになります。

次の手順では、30-m DB-5 カラム（0.25 mm id、0.25 µm フィルム厚）を使用して COLTEST サンプルを分析するときのクロマトグラフ条件と予期される結果について説明します。

COLTEST サンプルの分析

COLTEST メソッドを、MSWS プログラムドライブ上の *\AgilentWS\Service* ディレクトリから読み込みます。

注入口条件の設定

1 **［Edit GC Parameters］**ウィンドウから、**［Inlets］**アイコンを選択します。
2 **［Mode］**を**［Splitless］**に設定します。
3 注入口温度を 260 ℃ に設定します。
4 **［Purge Flow to Split Vent］**を 100 mL/min に設定し、開始を 0.5 分にします。

オーブンの設定

1 **［Edit GC Parameters］**ウィンドウから、**［Oven］**アイコンを選択します。
2 **（Initial）**温度の**［Value］**を 40 ℃、**［Hold Time］**を 2 分に設定します。
3 **［Ramp 1］**の加熱の**［Rate］**を 10 ℃ /min、最大温度の**［Value］**を 140 ℃、**［Hold Time］**を 0 分に設定します。
4 **［Ramp 2］**の加熱の**［Rate］**を 20 ℃ /min、最大温度の**［Value］**を 280 ℃、**［Hold Time］**を 2 分に設定します。

合計分析時間として 21 分が表示されます。

トランスファラインおよびトラップ温度条件の設定

1 MS トランスファライン温度とイオントラップ GC 加熱インタフェースを 260 ℃ に設定します。
2 トラップ温度を 150 ℃ に設定します。
3 マニホールド温度を 35 ℃ に設定します。

MS 測定メソッドの設定

1 スキャン速度 1 scan/sec での質量範囲を 40 ～ 350 に設定します。
2 バックグラウンド質量を 39 に設定します。
3 フィラメント /EM delay 時間を 180 秒に設定します。
4 ピークスレッショルドを 1 カウントに設定します。
5 mass defect を 0 に設定します。
6 電子イオン化を指定します（EI Auto）。
7 キャリブレーション用ガスをオフにします。

表 8　COLTEST テスト混合物には、次の化合物が含まれています（1 ～ 5 ng/ L）

番号	化合物	式	整数重量値	定量質量
1	デカン	$C_{10}H_{22}$	142	57
2	1- オクタノール	$C_8H_{18}O$	130	69
3	ウンデカン	$C_{11}H_{24}$	156	71
4	ノナナール	$C_9H_{18}O$	142	67
5	2、6- ジメチルフェノール	$C_8H_{10}O$	122	107
6	2- エチルヘキサン酸	$C_8H_{16}O_2$	144	73
7	2、6- ジメチルアニリン	$C_8H_{11}N$	121	106
8	デカン酸、メチルエステル	$C_{11}H_{22}O_2$	186	74
9	ウンデカン酸、メチルエステル	$C_{12}H_{24}O_2$	200	87
10	ジシクロヘキシルアミン	$C_{12}H_{23}N$	181	138
11	ドデカン酸、メチルエステル	$C_{13}H_{26}O_2$	214	143
12	ヘキサクロロベンゼン	C_6C_{l6}	282	284

次に示すのは、このテスト混合物の代表的なクロマトグラムです。2、6- ジメチルフェノールと 2- エチルヘキサン酸は、カラムと注入口によっては DB-5 カラム上で共溶出する場合があることに注意してください。

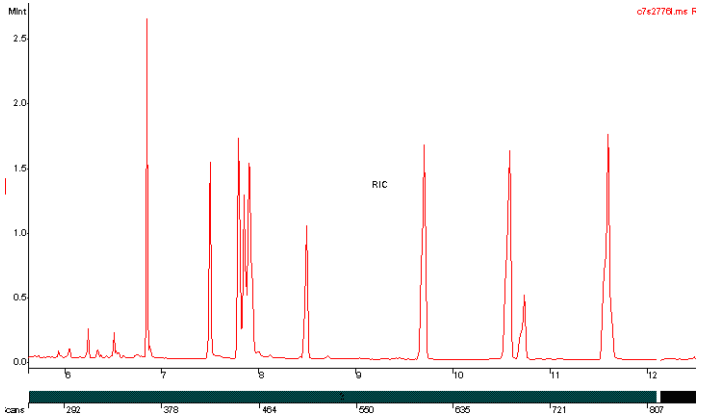


図 40 COLTEST テスト混合物の代表的なクロマトグラム

次の図は、共溶出化合物の分離を示しています。

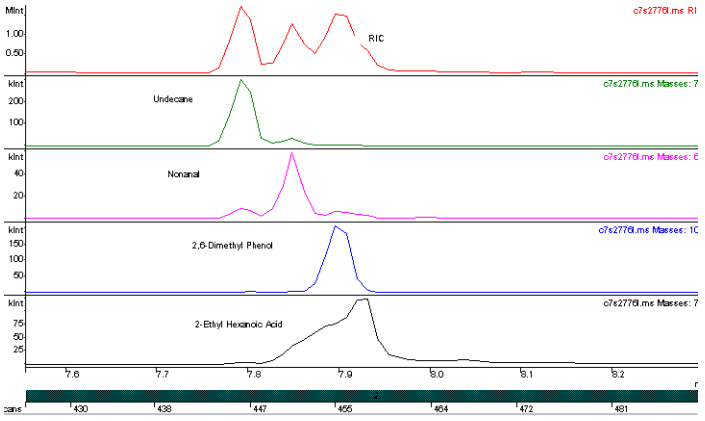


図 41 共溶出化合物の MS 分離

混合物に含まれている個々の化合物を効果的に分離して、ライブラリ検索や定量化などの以後のデータ操作に使用できるようにします。1 つの化合物に固有なイオンの単一イオンクロマトグラムのプロットについては、オンラインヘルプまたはソフトウェアリファレンスマニュアルのセクションを参照してください。

クロマトグラフの問題のトラブルシューティング

COLTEST 混合物には、1- オクタノール、2,6- ジメチルフェノール、2,6- ジメチルアニリンなどの極性成分や活性化合物が含まれています。また、デカンやドデカンなどの非極性成分も含まれています（約 1 ppm のヘキサン溶液）。混合物を分析することによって、注入口 / カラム内の溶媒テーリング、カラム効率、デッドボリューム、活性点などに関する情報が得られます。分析を利用して、一般的なクロマトグラフの問題のトラブルシューティングを行います。次の表では、多くの問題を識別し解決策を示しています。

表 9　　症状 - 溶媒のテーリングまたは範囲の拡大

原因	解決策
カラムの取り付け不良により注入口でデッドボリュームが発生	カラムを注入口に再度取り付けます。 カラムをルーペなどで観察しカットが良好であることを確認します。 注入口でカラムの挿入深さが十分かどうかを確認します。
高温注入口の溶媒のフラッシング	高温注入口への注入速度を下げます。 可能であれば、注入口温度を下げます。サンドイッチ注入を使用する場合は、溶媒プラグを 0.5 L に減らします。
プログラム式注入口による不適切な温度コントロール	SPI の一般的な設定は溶媒の沸点よりも 20 ℃低くします。カラム温度は溶媒の沸点に設定されます。SPI が加熱を完了するまで（通常は約 2 分）、カラムをこの温度に保持します。
セプタムパージラインの詰まり	セプタムパージフローが 2 mL/min に設定されていることを確認します。
スプリットレス注入後の不適切な注入口のパージ	スプリットレス注入では、ベントフローを 70 mL/min 以上に維持する必要があります。注入口は、注入の 30 ～ 90 秒後にスプリットモードに切り替わります。

表 10　症状 - 活性化合物のテーリングサンプルピーク

原因	解決策
注入口ライナー内の活性点	注入口ライナーを交換またはクリーニングします。 必要に応じて、不活性処理したライナーを使用します。
カラム内に存在する活性点または劣化相	カラムのフロント部分 15 cm を除去して再度取り付けます。 リテンションタイムが変化した場合、またはカラムをカットしても問題が解決されない場合は、カラムを交換します。

表 11　症状 - 高沸点化合物の低レスポンスおよび著しいテーリング

原因	解決策
注入口温度が十分に高くないため高沸点化合物が気化しない	注入口の温度を上げます。
コンポーネントのピークを不明瞭にする高レベルのカラムブリード	カラムの温度をその最大使用温度（DB-5 の場合 320 ℃）よりも 30 ℃ 低い値に調整します。 コンディショニングでも改善しない場合は、高温カラムに切り替えます（たとえば、SGE HT5）。
イオントラップの表面を覆っているシリコンなどの高レベルの汚染	「メンテナンス」セクションで説明されているとおりにイオントラップをクリーニングします。 汚染表で潜在的な汚染の一覧を確認します。
高沸点コンポーネントの不十分な気化	注入口温度と注入速度を下げた後、 注入口のカラムナットのグラファイトフェラルに割れがなく、セプタムナットが十分に締め付けられていることを確認します。
トラップ温度が低すぎる	トラップ温度を 20 ℃ 刻みで上げます。
過剰な量のコンポーネントの注入によるカラムの過負荷	サンプルを希釈するか、スプリット注入を実行します。
液相の劣化	カラムを交換します。
キャリアガス速度が低すぎる	キャリアガス流量を増やします。

表 12　症状 - 十分に分離されないピーク

原因	解決策
カラム温度またはプログラムが最適化されていない	メソッドを修正して（たとえば、カラムランプ速度を下げる）、分離を改善します。
キャリアガス流量が最適化されていない	キャリアガスの線速度を下げて分離を向上させます。
カラムで特定の試料を分離できない（たとえば、沸点が類似している試料）	極性の高いカラムを使用します。
カラムの液相が劣化し、効率が低下している	カラムを交換します。

表 13　症状 - ピークサイズの再現性

原因	解決策
シリンジの漏れまたは部分的な詰まり	シリンジがサンプルを引き上げていることを目視確認します。 セプタムナットの締め付けを確認します。溶媒でシリンジをフラッシングします。 シリンジが詰まっている場合は、注入口を高温にして溶媒を加熱すると効果が表れることがあります。それ以外の場合は、シリンジを交換します。
セプタムの漏れ	セプタムを定期的に交換するとともに、セプタムナットの締め付けを確認します。
注入口内のカラムの取り付け不良	注入口内のカラムの取り付けを確認します。 キャピラリカラムナットを締め付けます。
注入口またはカラム内の活性表面によってサンプルが吸収される	注入口ライナーを交換します。 カラムのフロント部分 15 cm を除去するか、カラムを交換します。
注入口内のサンプルの気化不良	注入口の温度を上げます。または、注入口温度プログラムの最大値を上げます。
スプリットが早すぎる	スプリットへの切り替え時間が最適化されているかを確認します。

表 14　症状 - ピークのスプリット（低沸点成分）

原因	解決策
サンプルが 2 回注入のように注入される	注入口温度を下げるか、プログラムされた注入を使用します。
1079 のプログラミングが完了する前にカラムの温度プログラミングが開始される	注入口がその最大温度に達するまで、初期カラムホールド時間を延長します（たとえば、通常は 2 分）。
カラムの割れ	カラムをカットし直して取り付けます。
注入口ライナーに残っているセプタム片	ライナーとセプタムを交換します。

表 15　症状 - 予期しない余分なピーク

原因	解決策
特に温度プログラミング中に発生するセプタムブリード	高温、低ブリードのセプタムを使用します。セプタムパージフローが 2 mL/min に設定されていることを確認します。
サンプルバイアルからの不純物質（可塑剤など）	新しいシリンジを使用して溶媒ブランクを分析し、不純物質を確認します。認証されているサンプルバイアルを使用して、サンプルを冷却状態にしておきます。汚染表を確認します。
キャリアガスから生じる不純物質の存在	キャリアガスフィルタを取り付けるか交換します。
注入口または GC ニューマティックの汚染	注入口からカラムを取り外して、温度を上昇させて（たとえば、350 ℃ で）注入口を焼き出しします。20 mL/min 以上のパージを使用します。
サンプルに存在する不純物質	ブランクまたは標準サンプルを分析して、実際にこの問題が発生しているかを確認します。
セプタムから生じる溶媒抽出不純物質	新しいタイプのセプタムに切り替えて、注入口温度を下げるか注入ボリュームを減らします。
シリンジ洗浄溶媒に含まれている不純物質	高純度グレードの溶媒を使用します。

表 16 **症状** - 分析間のリテンションタイムのちがい

原因	解決策
不安定なキャリアガス流量コントローラまたはレギュレータ	漏れがないかニューマティックを確認します。必要に応じて、流量コントローラまたはレギュレータを交換します。
カラムの汚染または劣化	カラムをコンディショニングするか交換します。
注入口の漏れ	定期的にセプタムを交換します。セプタムナットとキャピラリカラムナットの締め付けを確認します。

5 トラブルシューティング

6
部品と消耗品

文書　154
部品と消耗品　155
Agilent サービス　160

Agilent Technologies

文書

MS に関する詳細は以下の文書に記載されています。

- ソフトウェア操作マニュアル（部品番号 395414500）
- ソフトウェアリファレンス（部品番号 391496300）
- MS ワークステーションチュートリアルマニュアル（部品番号 391498800）
- Agilent 7890 GC 設置準備マニュアル
- リリースノート（部品番号 391496201）

部品と消耗品

以下の表に部品番号と説明を示します。別段の記載のない限り、各アイテムの数量は 1 個です。

表 17 キット、アセンブリ、ボード、およびケーブル

部品番号	説明
393141103	USB ケーブル
393080001	PWA、電源ボード
393085001	PWA、RF 発生器
393074401	ケーブル、コントローラを PWR 26 ピンに接続（リボン）
393074501	ケーブル、コントローラを PWR 64 ピンに接続（リボン）
393011392	交換用スペアキット
393001001	アナライザフランジアセンブリ
393000593 393000592	トランスファラインアセンブリ（115V） トランスファラインアセンブリ（230V）
393033493 393033492	トランスファラインヒーターケーブル（115V） トランスファラインヒーターアセンブリ（230V）
393000891 393000892	真空マニホールドアセンブリ（115V） 真空マニホールドアセンブリ（230V）
393074101	トラップヒーターケーブル（60V）
393081001	PWA、コントローラ
393083001	PWA、下部マニフォールド
393022001	PWA、上部マニフォールド
G3930-60009	アセンブリ、GC/MS スタートケーブル

表 18 トラップコンポーネント

部品番号	説明
393055201	ゲートコンダクタ
393055101	ゲート
1492000900	ウェーブワッシャ
393031501	em アセンブリ
393010801	トランスファラインスパナ / アナライザアライメントツール
393060191	フィラメントディスクアセンブリ（配線付き）
393054901	フィラメントクリップ
393059191	トランスファラインチップ（ウルトラクリーン）
393050001	トラップオーブン
393052401	クランププレート
393053501	クォーツスペーサ
393053502	シリカコーティングクォーツスペーサ
1312200800	ナット、8-32 × 11/32"
393050292	出口用エンドキャップ電極、クロム
393050293	出口用エンドキャップ電極、SilChrom
393050392	フィラメントエンドキャップ電極、クロム
393050393	フィラメントエンドキャップ電極、Silchrom
393050492	RF リング電極、クロム
393050493	RF リング電極、Silchrom
1499822800	ベルビルワッシャ、大
393053901	サーモウェル
393010904	サーモウェル o- リング
1222200606	トラップオーブンネジ 6-32 X 3/8
393010903	O- リング、1.112 id トランスファライン

表 18 トラップコンポーネント（続き）

部品番号	説明
393010914	クァドリング、バイトンマニフォールド
393010918	クァドリング、バイトントランファライン

注意 シリカコーティングスペーサは、内面が光沢のある鏡のように仕上げられています。

表 19 ポンプ予備部品、ポンプ、ポンプ変換部品

部品番号	説明
393077001 393077002	DS-42 ロータリーポンプ、120V DS-42 ロータリーポンプ、240V
392035800	スクリーン、ターボポンプ（V-81）
393031601	ケーブル、ターボコントローラをターボに接続
27320681-00	ターボコントローラ
392051800	7' タイゴン配管
393076401	ターボ分子ポンプ（V-81）
8829953800	プレミアムフォアラインポンプオイル（DS-42）
393847701	DS-42 オイルミストエリミネータ カートリッジ （2 個組）
2820043800	O- リング、ターボポンプとマニフォールドの間

表 20 GC 予備部品

部品番号	説明
G3930-60010	GC 加熱インタフェース (GCHI)
G3430-60553	GC 右側パネル
G3430-00186	イオントラップバッフル

表 20 GC 予備部品（続き）

部品番号	説明
9310-4828	リントフリー布 (300 枚)
5180-4110	Swagelok フェラル、フロント、1/8 インチ、10 個
5180-4116	Swagelok フェラル、バック、1/8 インチ、10 個
5180-4104	Swagelok ナット、1/8 インチ フィッティング用、10 個
5080-8751	Swagelok ナット / フェラルセット、20 個
8710-1709	チューブカッタ (ss チューブ用)
8710-1710	チューブカッタ 替え刃

表 21 工具、テストサンプル、その他の消耗品

部品番号	説明
392027000	FC-43、リザーバー（キャリブレーション用ガスバルブ）
392027300	COLTEST サンプル
393065201	OFN テストサンプル
392027600	アルミニウム酸化物、600 グリット
392035300	GC/MS キャリブレーション化合物、FC-43
5550034600	ヒューズ、5 × 20 mm、0.5A
8899999000	綿棒、100 個パック
393010702	ソレノイド、3 方向、キャリブレーション用ガス
393010001	ニードルバルブ、キャリブレーション用ガス

表 22 CI 部品 / 予備部品

部品番号	説明
393010202	ソレノイド、2 方向、CI
393059701	リストリクタ、長、CI

表 22　CI 部品 / 予備部品（続き）

部品番号	説明
393059601	リストリクタ、短、CI
393010101	ニードルバルブ、CI ガス
393002291	液体 CI インレットキット
393010601	CI ソレノイド、2 方向、chemrez

Agilent サービス

お使いの MS の問題を解決できない場合は、Agilent カストマサポート担当者までお電話ください。お電話の際は、以下の情報を提供していただく必要があります。

- MS シリアル。番号（正面パネルの右下に記載）
- 取り付けたオプション部品
- 診断テストの結果

ガスクロマトグラフに問題がある場合は、以下の情報を提供してください。

- GC のモデル番号
- オートサンプラを使用している場合はそのモデル番号
- お使いの注入口の種類
- 低温冷却材（該当する場合）
- GC カラムに関する情報（メーカー、結合相、膜厚、ID、長さなど）

コンピュータまたはソフトウェアに問題がある場合は、以下の情報を提供してください。

- コンピュータのメーカーとモデル番号
- Windows のバージョン
- マウスドライバのバージョン
- プリンタのメーカーとモデル番号
- ネットワーク構成
- autoexec.bat ファイルと config.sys ファイルの出力
- MS ワークステーションソフトウェアのバージョン

カストマサポート担当者に問題について説明するときは、以下のガイドラインに従ってください。

- ソフトウェアのどの部分を使用しているときに問題が起きたかをサービス担当者に伝える。
- どのようなトラブルシューティング手順に従ったかをサポート担当者に伝える。

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2011

Printed in USA 05/11
第 1 版、2011 年 5 月

G3930-96001

Agilent Technologies